

226477

226477



- 1 -

## *Memoria Descriptiva*

*para*

una Patente de Invención,  
por veinte años en España

*a favor de*

Aula Chemicals, Inc.  
- sociedad norteamericana -

*residente en*

Elizabeth, N. J. (EE. UU.)

714 Division Streett

*por:*

• MEJORAS EN LA OBTENCION DE PASTAS DE ESTAMPACION PIGMENTADAS  
DE EMULSION DE ACEITE EN AGUA ADEGUADAS PARA LA ESTAMPACION DE  
ARTICULOS TEXTILES CON RESISTENCIA MEJORADA AL LAVADO ABRASIVO •

Prioridad solicitud patente norteamericana N° 486.025 del día  
3 de Febrero de 1956.

INVENTORES: Laszlo AUER, y Leslie L. BALASSA;  
ambos de nacionalidad norteamericana.

226477



5 El objeto del presente invento se refiere a mejoras en la obtención de pastas de estampación mejoradas para artículos textiles cuya pasta está constituida por una emulsión pigmentada de aceite en agua y posee una resistencia mejorada contra la abrasión húmeda como la que se presenta en algunas clases de lavado a mano o cuando se emplea una tabla de lavar u otros dispositivos que causan una abrasión violenta durante el lavado.

10 Las emulsiones convencionales pigmentadas de aceite en agua producen estampados que si se tratan después debidamente por un equipo de instalación de estampado textil, habrán de resistir repetidas veces el lavado en máquinas lavadoras, pero que no resisten ya varios tipos de lavado como los que se emplean con una tabla de lavar y en que se restriega con cepillos de cerdas rígidas, o frotando entre las manos en presencia de  
15 detergentes en el líquido de lavado. El presente invento produce resultados que resisten estos últimos tipos de lavado.

En la actualidad se producen estampaciones pigmentadas utilizando los siguientes ingredientes como componentes de la pasta de estampación utilizada:

20 1.- Un concentrado de color pigmentario que contiene el pigmento debidamente dispersado y puede contener parte de la emulsión fijadora de la resina y también contiene agentes superficialmente activos como agentes dispersores del pigmento y/o agentes emulsionadores y también puede contener coloides protectores;

25 2.- Una emulsión fijadora de la resina que puede ha -



226477

llarse parcial o totalmente presente en el concentrado de color o puede agregarse parcial o totalmente a la pasta de estampación cuando se la prepara. La emulsión del fijador contiene resinas que pueden clasificarse en tres tipos:

5 A. Resinas que contienen ésteres de ácido graso, denominadas a continuación como "resinas estéricas o de éster".

B. Elastómeros de la naturaleza del caucho, ordinariamente cauchos sintéticos de diversas clases aquí denominados "elastómeros",

10 C. Resinas de aminoaldehído térmicamente solidificantes o fijadoras, p. ej. resinas de úrea-aldehído, o resinas de melamina-aldehído, que están alquiladas y son disolubles en disolvente orgánico, aquí llamadas "resinas de aminoaldehído solubles en disolvente orgánico". Estas resinas no  
15 pueden mezclarse con agua.

3.- Una emulsión extendedora y aclaradora empleada para regular la intensidad del color y proporcionar un medio que comunique cualidades estampadoras a la pasta de estampación. Es  
20 tas emulsiones extendedoras aclaradoras se describen p. ej. en la patente española nº 209.130 y en la patente también española 215.112. Están constituidas por agua, un coloide protector, p. ej. metilcelulosa, un disolvente de hidrocarburo insoluble en agua, p. ej. espíritus minerales o xilol y puede contener  
25 agentes superficialmente activos p. ej. agentes emulsionadores, resinas en estado emulsionado y materiales auxiliares requeridos para las propiedades de la estampación adecuada.

En la patente española 215.112 se describe la preparación y constitución de los concentrados de color, en los cuales

2 2 6 4 7 7



5 el contenido de pigmento varía desde unos 4,5% hasta unos 40%; el contenido de resina varía desde unos 6% hasta 20,5%; el contenido de coloide protector varía desde unos 1% hasta 5,5% y el peso total combinado del agente dispersor del pigmento y del agente emulsionador varía desde próximamente 1,6% hasta unos 7,5% siendo todos los porcentos en peso y calculándose a base del peso total del concentrado de color.

10 En un método convencional de estampación los concentrados de color descritos en la citada patente española n<sup>o</sup> 215.112 se estampan preparando la pasta de estampación según la siguiente fórmula:

100 partes en peso de concentrado de color,

15 50 a 75 partes en peso de emulsión fijadora del ejemplo 1, aquí 325 o más partes en peso de emulsión extendedora aclaradora como la que se describe en el ejemplo 2:

20 La intensidad del color se regula en este tipo de estampación por la cantidad de emulsión extendedora aclaradora presente en la pasta de estampación, además del concentrado de color y la emulsión fijadora. La mejora del presente invento sobre la anterior clase o método antes referido se consigue en primer lugar gracias a aumentar la cantidad de resina de amino-aldéhido soluble en disolvente orgánico en el fijador total. El conveniente porcentaje de esta resina de amino-aldéhido en el fijador total es de unos 18 hasta unos 35%. Todos los porcentos y partes aquí señaladas a excepción de las que se especifican de otro modo, se entienden porcentos en peso. Preferentemente la cantidad de la resina de aminoaldehido soluble en di-

25



226477

solvente orgánico en la pasta total de estampación se aumenta hasta el grado de unos 0,60% hasta unos 4% dependiendo de la tonalidad (pigmento empleado) y de la intensidad última de color de la pasta de estampación.

5 Se encuentra otra ventaja en el empleo de emulsiones extendedoras aclaradoras en las que el contenido total no volátil se aumenta hasta el grado de unos 3,5% hasta unos 11%. Relacionese esto con el 0,95% de contenido total no volátil de la emulsión extendedora y aclaradora del ejemplo 2. En 100 partes

10 de contenido de fijador de resina no volátil estas emulsiones extendedoras y aclaradoras contienen con preferencia una cantidad de resinas estéricas desde unos 17% hasta unos 37%, de elastómero desde unos 37% hasta unos 57% y una resina amino-aldehídica soluble en disolvente orgánico desde 20% hasta unos 31%.

15 En estas emulsiones extendedoras y aclaradoras la resina estérea se encuentra ventajosamente en la proporción desde unos 0,60% hasta unos 3,55%, el elastómero desde unos 1,25% hasta unos 6,30% y la resina de aminoaldehído desde unos 0,70% hasta unos 3,45%.

20 Se consigue otra mejora aumentando los sólidos de resina fijadora total en la pasta estampadora. Para ilustrar este punto tenemos que tener en cuenta el contenido de componente concentrado de color pigmentario de la pasta de estampación. Mientras que el contenido de componente concentrado de color

25 pigmentario de la pasta de estampación es de unos 20%, los sólidos de la resina fijadora (no volátil) en la pasta de estampación se encuentran en la proporción de unos 7,5% hasta unos 15%. Mientras que el contenido de concentrado de color pigmen-



1950

226477

5  
10  
tario de la pasta de estampación es p. ej. de unos 2%, los sólidos totales de la resina fijadora en la pasta de estampación se aumentan hasta el orden de unos 3,5% hasta unos 11%. Mientras que el contenido de componente concentrado de color pigmentario de la pasta de estampación es p. ej. de 1%, el total de sólidos de la resina fijadora en la misma pasta de estampación varía desde unos 3,5% hasta unos 11%. En estas pastas de estampación por cada parte en peso de pigmento se encuentra un contenido no volátil de fijador de por lo menos una parte aproximadamente en peso si el pigmento es un pigmento inorgánico y por lo menos de unas 2 partes en peso si el pigmento es un pigmento orgánico.

15  
20  
Con preferencia se encuentra presente en la pasta de estampación un catalizador, que puede ser cualquier catalizador agregado, p. ej. tartrato amónico, glicolato amónico, lactato amónico, benzoato amónico, sulfato amónico, nitrato amónico, fosfato amónico o puede ser un catalizador llamado "formado en la misma tela", que es un agente superficialmente activo que durante el tratamiento posterior de la tela decorada deja en libertad ácido: actuando como un catalizador.

25  
Conviene además añadir una pequeña cantidad de resina de amino-aldehído soluble en agua, la cual según el presente invento actúa como sensibilizador y acelerador en el sistema y de ordinario se encuentra presente en pequeñas cantidades como p. ej. desde 0,2% en peso hasta 1% en peso de resina de aminoal-  
dehído no volátil por cada parte en peso de pigmento seco presente en la pasta. En el grado preferido estas partes en peso no deben ser superiores a 0,6 partes en peso.



226477

5 Para entender la naturaleza del presente invento vamos a describir brevemente el equipo convencional empleado en la estampación de artículos textiles. Cualquiera que sea el método empleado en la estampación, los estampados se secan. En el caso de estampación con rodillos grabados, las máquinas estam-  
padoras se acoplan ordinariamente unas con otras en una campana o túnel caliente para realizar el secado o con un juego de canales calentados por vapor. En el caso de estampado de mamparas, los estampados o se secan al aire o se emplea algún método artificial consiguiendo los mismos resultados. En el caso  
10 del estampado de superficies en resalte, como el que se emplea en máquinas similares a las máquinas para la estampación de papel para las paredes, se prevé también algún método de estampación de la tela, el cual en algunos casos es semejante al empleado en combinación con el estampado con rodillos grabados.  
15

20 Para conseguir los mejores resultados con pigmentos fijados por resina, como decoraciones de artículos textiles, el tratamiento posterior por maduración o fijación térmica se recomienda como el mejor método. El dispositivo para realizar esta madurez puede variar de una instalación a otra y una estufa de maduración que prevea un ciclo de 3 minutos a 300° F constituye un ejemplo de este tipo de tratamiento posterior.

25 Sin embargo muchas instalaciones o no poseen hornos o estufas de maduración o prefieren muchas veces el estampar conjuntamente las telas con tintes y con pigmentos fijados por resinas. En tales casos se emplean los llamados maduradores ácidos o maduradores de tina para fijar las estampaciones de pigmento. Los maduradores o fijadores ácidos se emplean cuando la



226477

5  
tela estampada se expone a vapor húmedo a temperatura exactamen  
te por encima del punto de ebullición del agua, conteniendo el  
vapor vahos ácidos, como vapores de ácido acético, en presencia  
o ausencia de vapores de ácido fórmico. Los maduradores o fija-  
dores de tina contienen vapor a temperatura algo más alta que  
los maduradores ácidos. El madurador de tina posee una atmósfe-  
ra neutra y la presencia de aire en dichos maduradores se redu-  
ce cuanto es posible, a causa de que el tinte de tina realizado  
con estos maduradores está sometido a una reacción química re-  
ductora.

10

Aunque los maduradores ácidos y los maduradores de ti-  
na realizan algunas veces la debida fijación de las estampacio-  
nes de pigmento fijado con resina, en la mayoría de los casos  
resultan menos eficaces para la fijación definitiva de la pro-  
ducción y para fijar las estampaciones que cuando la maduración  
se realiza a elevada temperatura. Según el presente invento la  
presencia de catalizadores y de resinas amino-aldehídicas solu-  
bles en agua resulta muy ventajosa para lograr la resistencia  
mejorada a la abrasión en el lavado enérgico, si la tela estam-  
pada con pigmentos se trata posteriormente con el madurador áci-  
do o por el procedimiento de maduración en tina.

15  
20

Uno de los inconvenientes comunes de la estampación  
pigmentaria fijada con resina es el llamado "crocking" (tizna-  
do) que se manifiesta en la tela blanca clara cuando dicha te-  
la se restriega contra la superficie estampada. Si la tela es-  
tá seca, la resistencia medida se denomina resistencia al "croc-  
king" seco y si la tela está humedecida, la resistencia se de-  
nomina resistencia al "crocking" húmedo. El Manual Técnico y el

26

226477



5 Anuario para 1954 de la American Association of Textile Chemists and Colorists (A.A.T.C.C.) describe el procedimiento para medir el "crocking" seco y el "crocking" húmedo en las páginas 104-105: "Resistencia del color al frotamiento (crocking), Método 8-52 de ensayo normal".

La mejora lograda con el presente invento se manifiesta también en una resistencia mejorada al crocking seco y al crocking húmedo.

#### 10 COMPONENTES FIJADORES DE LA RESINA

##### 1.- RESINAS ESTERICAS:

15 Tipos de los aceites, los ácidos grasos de que pueden formarse los ésteres utilizados en el presente procedimiento, son los siguientes: aceite tung, aceite de oiticica, aceite de ricino deshidratado, aceite de linaza, aceite de perilla, aceite de girasol, aceite de adormidera, aceite de soja, aceite de cacahuet, aceite de nabina, aceite de semilla de pino, aceite de oliva, aceite de cereales, aceite de semilla de algodón, aceite de coco, aceite de babassu, aceites hidroxilados, como aceite de ricino, etc. y aceites de pescado (aceites de ballena).

20 Los siguientes alcoholes polihídricos se prestan para producir ésteres con los ácidos grasos anteriores: glicerina, pentaeritritol, manitol, sorbitol, alcoholes formados por la condensación de difenoles y epiclorhidrina, ciertos poliglicoles, entre otros.

25 Para formar resinas alquídicas modificadas por ácido graso pueden emplearse los siguientes ácidos policarboxílicos y sus anhídridos: ácido ftálico, ácido maleico, ácido succíni-

226477



5  
co, ácido málico, ácido tartárico, ácido fumárico, ácido cítrico, ácido adípico, ácido sebáico, ácido azelaico, ácido subérico etc. o anhídridos de estos ácidos y también anhídrido carbónico. (Anhídrido 2,3-biciclo 2-2-1-ciclopentano-delta 5-ácido-carboxílico).

10  
Pueden lograrse resultados muy buenos mediante alquidos estirenados que son copolímeros de resinas alquídicas modificadas por ácido graso y polistireno. También originan productos interesantes los aceites grasos estirenados como el aceite de linaza y el aceite de soja estirenado o el aceite de ricino deshidratado y estirenado.

15  
Se han obtenido resultados muy satisfactorios con ésteres pentaeritritólicos de ácidos grasos. Estos se pueden ventajosamente condensar de antemano con anhídrido maleico. Se han logrado resultados particularmente ventajosos con los productos de condensación de bifenol y epiclorhidrina, esterificados con ácidos grasos, como ácidos grasos de aceite de ricino deshidratado o mezclas de los ácidos grasos de aceite de soja y aceite de oiticica. Estos ésteres pueden modificarse más estirenándolos.

20  
Señalaremos unos pocos ejemplos de resinas fabricadas comercialmente que pueden emplearse en el presente procedimiento:

- 25
- (1) Epiclorhidrina y producto de condensación de bifenol (alcohol): Epon 1004. Ester de ácido graso de aceite de ricino deshidratado de Epon 1004: Epitex 120.
  - (2) Alquido estirenado: Estiresol 4.210.
  - (3) Alquido estirenado exento de anhídrido ftálico:



226477

Ester de ácido graso de soja de anhídrido carbónico (anhídrido 2,3-biciclo 2-2-1-cicloheptano-delta 5-dicarboxílico) y glicerina (coéster de ácidos grasos y anhídrido) estirena-da, resinas BJS 502, BJS 153 y BJS 155. Contenido de polistireno 25 a 75%.

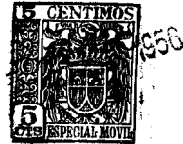
(4) Esteres mixtos de pentaeritritol-glicerina de anhídrido maleico tratado con ácidos grasos: Eskol, a base de aceite de linaza.

(5) Aceite de soja estirenado: Keltrol 60.

(6) Resinas alquídicas de pentaeritritol. Las constantes de cinco alquidos de estos se señalan a continuación:

	Resina A	Resina B	Resina C	Resina D	Resina E
Contenido no volátil.....	50%	65%	50%	70%	50%
Disolvente.....	esp. min.	esp. min.	esp. min.	esp. min.	esp. min.
Contenido aceite-% aceite en no volátil(calculado)	58%	62%	58%	63%	56%
Anhídrido ftálico (A.S.T.M.Des 563-45T)...	30%	25%	27,5%	25,5%	30,8%
Clase de aceite.....	soja	soja se- gregada	soja	soja	soja
Alcohol polihídrico.....	<u>p e n t a e r i t r i t o l</u> industrial 100%				
IND ácido.....	3-7	8	8-13	6-10	4-7
Viscosidad Gardner-Holdt. W-Y		Z <sub>1</sub> -Z <sub>3</sub>	U-X	Y-Z <sub>1</sub>	T-V.

Por esp. min. en el cuadro anterior por debajo de disolvente significa espíritus minerales. Algunas melaminas o resinas de úrea solubles en disolvente orgánico no son miscibles con espíritus minerales. Por eso si se utilizan estas clases de resina de amino-aldehído, las resinas alquídicas se deberán di-



226477

luir con hidrocarburos aromáticos, p. ej. con xilol. Este cambio de disolvente rebaja de ordinario la viscosidad de la disolución de resina, pero por otro lado no cambia las características de la película.

5 Ejemplos de resinas comerciales de la lista anterior son: -Becksol P-471 (Reichhold Chemicals Corporation), Syntex 62 (Jones-Dabney Company); Aroplaz 1086M y Aroplaz 1241M (U.S. Industrial Chemicals, Ync.), y P6118 (Dock Resin Corporation).

10 Aunque en el presente invento se prefieren resinas con un mínimo de 50% de aceite, a continuación se señalan las constantes químicas de dos resinas comerciales alquílicas de pentaeritritol que tienen menor contenido de aceite, pero que en algunos casos pueden producir resultados satisfactorios:

	<u>Resina F</u>	<u>Resina G</u>
15 Contenido no volátil.....	50%	62%
Disolvente.....	xilol	xilol
Contenido aceite -% aceite en no volátil (calculado).....	35%	42%
20 Anhídrido ftálico (A.S.T.M. Des 563-45T).....	40,6%	38%
Clase de aceite.....	linaza	soja
Alcohol polihídrico.....	<u>p e n t a e r i t r i t o l</u> industrial 100%	
IND. ácido.....	15-25	4-6
Viscosidad-Gardner-Holdt.....	X-Z	Z <sub>2</sub> -Z <sub>4</sub>

25 Los alcoholes polihídricos que forman los ésteres utilizables como materiales de partida en el presente procedimiento deben ser preferentemente por lo menos trihídricos, p. ej. la glicerina.



226477

En este procedimiento se logran resultados óptimos con ésteres de alcoholes polihídricos de ácido de aceites grasos, los cuales ésteres contienen en su componente ácido por lo menos 50% de ácidos de los ácidos grasos con por lo menos dos enlaces dobles. En esta relación de ésteres de ácidos grasos se comprende el grupo de aceites grasos secantes y semisecantes y también el grupo de aceites sintéticos y el grupo de resinas alquídicas que no contienen más de 50% de ácidos polibásicos en su componente ácido.

Pueden utilizarse cualesquieras mezclas o combinaciones adecuadas de los miembros de las clases antes descritas, según convenga.

Cuanto mejor secante es un aceite graso, tanto más se presta para el presente procedimiento. Además: por lo menos algunos de los ácidos grasos presentes en los ésteres debe contener preferentemente más de un enlace doble en la molécula. Esto comprende los ésteres de ácidos grasos de aceite secante y de los ácidos grasos semisecantes. Las resinas estéreas del presente invento llevan en la mayoría de los casos polímeros, esto es poliésteres.

## 2.- ELASTOMEROS:

Ejemplos de los elastómeros que pueden utilizarse según el presente invento son los siguientes:

Latex de copolímeros de acrilonitrilo, p. ej. copolímero de butadieno y acrilonitrilo y/o estireno, de cloruro polivinílico, de copolímeros de cloruro polivinílico y acetato polivinílico, de polímeros de isobutileno, de polímeros y copolímeros de cloruro de vinilideno, de policloropreno, algunos de



226477

Los llamados neopreno y/o mezclas de los mismos, entre otros.

Los elastómeros citados pueden también emplearse de modo que primeramente se forme una disolución disolvente de los sólidos elastómeros secos y la disolución se emulsione para formar emulsiones de aceite en agua. Un cemento de neopreno o cemento Hycar emulsionado en agua constituye un ejemplo muy conveniente. Teniendo en cuenta la naturaleza de la emulsión de aceite en agua de las pastas de estampación del presente invento, señalaremos ejemplos de latex elastómeros que sirvan para ilustrar el presente procedimiento.

Los siguientes son productos útiles comerciales que constituyen latex de copolímeros de acrilonitrilo-butadieno: Chemigum 200 Latex, Chemigum 235 AHS Latex, Chemigum 235 CHS Latex, Chemigum 245 AHS Latex, Chemigum 245 CHS Latex, Hycar 1561 Latex, Hycar 1551 Latex, Hycar 1562 Latex, Hycar 1552 Latex, Nitrex 2605 Latex, Nitrex 2614 Latex, Nitrex 2612 Latex. El siguiente es un ejemplo de latex de cloruro polivinílico: Geon 151 Latex. El siguiente es un ejemplo de un latex mixto de cloruro polivinílico y de copolímero de acrilonitrilo-butadieno: Geon 552 Latex. El siguiente es un ejemplo de un latex de neopreno: Neoprene Latex 610. Los elastómeros que llevan copolímeros de acrilonitrilo y butadieno se emplean ventajosamente en el presente invento.

### 3.- RESINAS DE AMINO-ALDEHIDO SOLUBLES EN DISOLVENTE ORGANICO:

Las resinas de amino-aldehido solubles en disolvente orgánico son p. ej. los productos de condensación de la úrea o melamina modificados por alcohol o los productos de condensación de la úrea o melamina alquilados o esterificados con un al-



226477

dehído p. ej. formaldehído. Otras resinas de aminoaldehído que son conocidas en el ramo y disolubles en disolvente, pueden también incorporarse. La expresión "resinas de aminoaldehído solubles en disolvente orgánico" se emplea en la presente solicitud con referencia a las resinas del tipo que no son miscibles con agua.

Ejemplos de resinas comerciales de amino-aldehído solubles en disolvente orgánico son las siguientes:

<u>Fabricante</u>	<u>Nombre comercial</u>	<u>Sólidos</u>	<u>Disolvente</u>
Rohm & Haas Co. (Sección Producción Resinosos)	Uformite F158	50	xilol-propanol (3:7)
	Uformite F200E	50	xilol-butanol (1:1)
	Uformite F210	50	xilol-butanol (1:1)
	Uformite F266E	50	alcohol caprílico-butanol
	Uformite F223	50	xilol-butanol (1:1 1/2)
	Uformite F240	60	xilol-butanol (1:1 1/2)
	Uformite F240N	60	nafta muy inflamable
	Uformite MM-46	60	xilol-butanol (1:1)
	Uformite MM-55	50	xilol-butanol (1:4)
	Uformite MM-55HV	50	xilol-butanol (1:9)
	Uformite MU-56	50	xilol-butanol (1:3)
Uformite MX-61	60	xilol-butanol (1:1)	
Uformite M-311	50	xilol	
Reichhold Chemicals, Ind.	Beckamine 3520	50	xilol-butanol
	Beckamine P-138	60	xilol-butanol
	Beckamine P-196	60	butanol-etanol
	Beckamine P-354	50	xilol-butanol
American Cyanamid Co.	Beetle 212-9	60	butanol-alcohol octílico-petróleo aromático
	Beetle 216-8	60	xilol-butanol
	Beetle 219-8	50	xilol-butanol
	Beetle 220-8	50	xilol-butanol
	Beetle 227-8	50	xilol-butanol
	Beetle 230-8	50	xilol-butanol
	Beetle 245-3	60	xilol-butanol
	Beetle 245-8	50	xilol-butanol
	Beetle 247-10	60	butanol
Beetle 248-8	55	xilol-butanol	
Monsanto Chemicals Co.	Resimene 875	50	butanol-xilol
	Resimene 876	50	butanol-xilol
	Resimene 877	50	butanol espíritu minerales
	Resimene 878	50	butanol-cellosolve butílico
	Resimene 881	60	butanol-xilol
	Resinene 882	65	xilol



226477

<u>Fabricante</u>	<u>Nombre comercial</u>	<u>Sólidos</u>	<u>Disolvente</u>
Monsanto Chemicals Co.	Resimene 883	60	Cellosolve butílico espíri- tus minerales
	Resimene U-901	50	butanol-xilol
	Resimene U-902	60	butanol-xilol
Flaskon-Ba rrett Div. (Allied Che mical & Dye Corp.)	Flaskon 3382	55	xilol-butanol

Las coincidencias en sus números o constantes de los productos Melmac y de la serie 800 de Resimene son resinas de melamina-aldehído solubles en disolvente orgánico. Los alcoholes utilizados para obtener esta clase de resinas vienen representados por alcohol butílico, alcohol caprílico, etc.

Además de las resinas que se encuentran presentes en estado emulsionado en las composiciones del presente invento para decorado de artículos textiles, son componentes esenciales los pigmentos. A continuación se señala una lista de pigmentos orgánicos utilizables en el presente invento y también un método preferido de realizar las dispersiones acuosas de estos pigmentos orgánicos.

EL COMPONENTE PIGMENTO

Los componentes pigmentarios del presente invento pueden clasificarse en pigmentos orgánicos y pigmentos inorgánicos. El negro de carbón se considera aquí como un pigmento orgánico.

PIGMENTOS ORGANICOS

Los pigmentos orgánicos aquí empleados se preparan ordinariamente por métodos de precipitación. Todos ellos son insolubles en agua. Como material de partida para el presente invento puede utilizarse una torta de prensa-filtro o polvo seco. El negro de carbón, si se emplea, no se obtiene por método de



1956

226477

precipitación y se emplea como polvo seco en el procedimiento.

Los siguientes grupos de pigmentos constituyen ejemplos, aunque no limitan los materiales de partida del presente invento:

5 (1) Pigmentos de ftalocianina:

El azul de ftalocianina que es una ftalocianina de cobre o de estaño-cobre se vende con los nombres comerciales de Monastral Fast Blue y como Heliogen Blue. El verde de ftalocianina, que es un color de ftalocianina de cobre clorada, se vende con los nombres comerciales de Monastral Fast Green y Heliogen Green.

10 (2) Pigmentos azo insolubles:

Los amarillos de benzidina son copulaciones entre diclorobenzidina y arílicos acetoacéticos, como la anilida, toluidina, xilidida, para cloroanilida, o-anisidida y orto-cloroanilida acetoacéticas.

El naranja de benzidina es un producto de copulación de diclorobenzidina con productos de sustitución de la pirazolona, p. ej. la metil-fenil-pirazolona.

20 Los amarillos Hansa son copulaciones de arílida acetoacética con anilinas sustituidas, análogas a la 4-cloro-2-nitroanilina u ortonitranilina, entre otros.

25 Los rojos azo insolubles son productos de copulación de compuestos del tipo naftol AS del ácido beta-orto-naftóico, p. ej. el naftol AS, naftol AS-OL, naftol AS-BS, naftol AS-D con sales de color sólido, como la 2,5-dicloroanilina, p-nitro-ortotoluidina, p-nitro-ortoanisidina, entre otros. Un ejemplo es el producto de copulación de naftol AS-ITR con sal de color

226477



sólido ITR (sal de color rojo sólido ITR).

Las copulaciones del tipo naftol AS producirán también amarillos y naranjas del grupo de pigmento azo insoluble. El pigmento negro de anilina puede estar aquí comprendido.

El marrón de toluidina y el azul de dianisidina y un pigmento pardo obtenido por formación de la sal de cobre de rojo de paranitranilina, constituyen otros ejemplos.

(3) Pigmentos de tina:

Los pigmentos de tina son del tipo del indigide o antraquinona. El tipo indigide comprende derivados de tioindigo y el tipo antraquinona comprende derivados de flavantreno, bezantreno y estructuras complejas obtenidas por condensación de moléculas de bezantreno.

El rojo de tioindigo B tiene en el índice de colores el número 1207 y el número 912 de Schultz. Para las fórmulas estructurales véanse las páginas 204 a 214 de Pratt: Chemistry and Physics of Organic Pigments, John Wiley & Sons, 1947.

El azul de indantreno n° 1106 del índice de colores y número 837 de Schultz es un ejemplo de pigmentos de tina del tipo de antraquinona.

Fórmulas estructurales de algunos pigmentos de tina se encuentran en las páginas 429 a 435 del volumen V de Mattiello: Protective and Decorative Coatings John Wiley & Sons, Inc. Nueva York, 1946, comprenden el Rubine RD de indantreno, el naranja RRTA de indantreno, el naranja oro GA de indantreno, el pardo RA de indantreno, el amarillo sólido Helio 6 GL el violeta brillante 3BA de indantreno, el violeta sólido 4RN, azul indigo, azul marino RA de indantreno.



226477

(4) Negros de carbón:

Negros de horno, negros de canales, negros de gas acetileno y negros de lámparas pueden también utilizarse en el presente procedimiento.

PIGMENTOS INORGANICOS:

Ejemplos de pigmentos inorgánicos utilizables como materiales de partida en el presente invento son entre otros:

bióxido de titanio

Pigmentos precipitados de óxido de hierro (p.ej. amarillo y pardo de óxido de hierro)

pigmentos de sulfuro y seleniuro de cadmio p.ej. amarillos, naranjas y rojos de cadmio.

En la fase de dispersión del pigmento en el presente procedimiento se prefieren los siguientes agentes dispersores:

Sulfatos de alcohol graso, como sales de sodio, amonio, morfolina o trietanolamina de sulfatos de alcohol laurílico, alcohol cetílico, alcohol oleílico y/o sus mezclas. Los sulfatos de alcohol hidroabietílico actúan de modo semejante a los sulfatos de alcohol graso.

Ejemplos de productos comerciales son el Dupanol ME, que es un polvo seco de sulfato de sodio-laurilo, fabricado por E.I. DuPont de Nemours & Co. y el Dupanol WA en pasta que es una pasta acuosa del mismo compuesto que contiene 30% de ingrediente activo y algunas impurezas de sal inorgánica.

Se ha descubierto que la acción de los sulfatos de alcohol graso se activa y mejora grandemente empleando como otro aditamento una pequeña cantidad de sulfonato de sodio-alquil-naf

226477



taleno, p. ej. el sulfonato de isopropil-naftaleno y el sulfonato de isobutil-naftaleno. El primero se vende en el comercio con el nombre de Nekal A por la General Dyestuff Corporation y el segundo con el de Nekal DK por la misma compañía.

5 Se logra otra mejora en el grado de defloculación del pigmento agregando coloides protectores a la dispersión acuosa, p.ej. caseína y metilcelulosa.

10 La proporción del agente superficialmente activo respecto al contenido de pigmento es muy importante. Por ejemplo los sulfatos de alcohol graso deben incorporarse en las proporciones de 2 a 20% por 100 partes de pigmento seco, pero para la defloculación completa del pigmento se emplean por lo menos 10% y preferentemente 15 a 20%. Pueden permitirse mayores proporciones de sulfato de alcohol graso, pero no parece que produzcan mayor mejora en la defloculación, en el grado que era de esperar tal aumento. Pueden sin embargo emplearse proporciones mayores para responder a fines especiales de la incorporación en los productos acabados o para responder a limitaciones mecánicas.

20 Los sulfonatos alquílicos de sodio se agregan en proporciones de 0,5% hasta 4% calculados a base del contenido de pigmento, prefiriéndose y siendo satisfactoria la proporción de 2%.

25 Si se agregan coloides protectores, se utiliza aproximadamente 1% de caseína seca calculada a base del contenido de pigmento seco y unos 5% de metilcelulosa del tipo de baja viscosidad, conocida en el comercio como tipo de 15 cps. Pueden agregarse mayores cantidades de coloide protector, pero su ac -

226477



ción es diversa en las proporciones aquí señaladas. Favorecen la defloculación completa y mantienen las partículas en suspensión.

Algunos pigmentos requieren proporciones mayores al 20% de agente superficialmente activo y el porcentaje requerido puede llegar hasta el 40%.

Se mejora todavía más la dispersión del pigmento en esta fase del procedimiento llevando a cabo la defloculación del pigmento a temperatura elevada que puede variar desde la temperatura superior a la del local hasta por debajo del punto de ebullición del agua, p. ej. 90°C.

Los negros de carbón se convierten ventajosamente en dispersiones acuosas por este procedimiento para los fines del presente invento.

AGENTES EMULSIONADORES UTILIZABLES PARA PREPARAR EMULSIONES FIJADORAS DE RESINA:

Gran variedad de agentes emulsionadores pueden utilizarse en el presente procedimiento. Una lista de estos agentes emulsionadores se trae p. ej. con el título de Agentes Superficialmente Activos en la publicación de enero de 1943 de la Industrial and Engineering Chemistry, págs. 126 a 130.

Jabones de ácidos grasos son p. ej. buenos agentes emulsionadores. Una lista de algunos otros se señala a continuación:

<u>Nombre comercial y proveedor</u>	<u>Descripción del fabricante</u>
Duponol ME E. I. Dupont de Nemours & Co.	Sulfato de alcohol graso, sal de sodio
Aerosol OT American Cyanamid Co.	Ester dioctílico de ácido sodio-sulfosuccínico
Emulphor AG General Dyestuff Corp.	Producto de condensación de óxido polietilénico



226477

Nombre comercial y proveedor

Descripción del fabricante

Beta Sol  
Onyx Oil & Chemical Co.

Sal cuaternaria de amonio

Igepon  
General Dyestuff Corp.

Sulfonato sódico de un éster de ácido oleico de un compuesto alifático, p. ej. del tipo  $C_{17}H_{33}SO-(OH_2)-C_2N_4SO_3Na$ .

Triton 720 and 770  
Rohm & Haas Co.

Sal sódica de sulfonato de poliéter aril-alquílico

Emulgor A  
Glyco Products

Ester glicólico muy polimerizado

De los diversos agentes emulsionadores son los más adecuados aquellos tipos que pueden actuar tanto por el lado ácido como por el alcalino. Los agentes emulsionadores no iónicos pertenecen a la clase de p. ej. del monooleato de nonaetilenglicol o al correspondiente dioleato o el monolaurato o dilaurato o monorricinoleato o diricinoleato correspondientes (productos Glyco). Otro grupo que da buenos resultados es el de los agentes emulsionadores de catión activo. Ejemplos de estos son las sales cuaternarias de amonio. Puede verse que para este objeto se prestan también los sulfatos de alcohol graso (p.ej. el Dupanol ME).

AGENTES EMULSIONADORES CATIONICOS:

Pueden prepararse emulsiones satisfactorias de aceite en agua con agentes catiónicos. Sin embargo muchos de ellos solo actúan por el lado ácido. Muchas veces ofrece ventajas para ciertos fines un pH alcalino.

La mayor dificultad de encontrar agentes de dispersión en agua catiónicos adecuados se halla en que muchos de ellos actúan como agentes fluyentes que arrastrarán al pigmento desde el agua a la fase aceite. Si con estos agentes se presenta flocula-

226477



EB. 1956

oión del pigmento, entonces se los empleará con emulsiones de aceite en agua, de modo particular si se polimerizan en la emulsión, ya que el pigmento no se encuentra en contacto directo con la fase aceite. O la emulsión se rompe o el pigmento se flocula, o ambas cosas.

Pueden obtenerse resultados muy satisfactorios con cloruro de laurilpiridino, cloruro de cetil-dimetil-benzil-amonio (Triton K-60, Rohm & Haas), cloruro de metil-dodecil-benzil-trimetil-amonio (Hyamine 2389, Rohm & Haas Co.), acetato de estearylamina y acetato de laurilamina, entre otros.

Pueden utilizarse como agentes emulsionadores para formar emulsiones de resina de aceite en agua y el primero y tercero de los citados actúan también como buenos agentes dispersores del pigmento.

COLOIDES PROTECTORES UTILIZABLES EN LOS PRODUCTOS:

En el ejemplo de esta memoria se citan como buenos coloides protectores la caseína, la metilcelulosa y la sodio-carboximetilcelulosa. Otros que pueden utilizarse son: goma tragacanto, musgo u hongo carragaen, dextrina, disoluciones de almidón, poliacrilatos de sodio, polimetacrilatos de sodio, hidroxietilcelulosa de los tipos solubles en agua y solubles en álcali, goma de semilla de lucuma, sales solubles en agua del aducto maleico de estireno, etc. También pueden emplearse alginatos o albúmenes o proteína de soja. Otros ejemplos son la etilhidroxietilcelulosa soluble en agua la fécula carboximética, el éter de fécula hidroxipropílica, la polivinil-pirrolidona, el alcohol polivinílico, entre otros.

Por lo que toca a los coloides protectores y agentes



226477

emulsionadores debe tenerse en cuenta que pueden mezclarse agentes y sistemas aniónicos y no iónicos y que pueden mezclarse agentes y sistemas catiónicos con agentes y sistemas no iónicos, pero que los agentes y sistemas catiónicos y aniónicos producen normalmente floculación de la emulsión o de los pigmentos. Por ejemplo el caseinato de amonio actúa como aniónico, pero es posible emplear caseína en sistemas catiónicos si se disuelve con auxilio de compuestos cuaternarios catiónicos de amonio.

COMPONENTE CONCENTRADO DE COLOR PIGMENTARIO

El componente concentrado de color pigmentario del presente invento contiene en estado disperso pigmentos componentes de la dispersión acuosa pigmentaria. Estos concentrados de color pigmentario se diluyen con agua y pueden contener fijadores de resina o pueden estar exentos de resina. El contenido de pigmento de estos concentrados de color pigmentario es diverso.

Como límites ilustrativos se señalarán p. ej.:

	<u>Pigmentos orgánicos.</u>	<u>Pigmentos inorgánicos</u>
Si existe resina fijadora	desde unos 4,5% hasta unos 30,0% (en peso)	desde unos 12,0% hasta unos 35,0% (en peso)
Si no existe resina fijadora	desde unos 10,0% hasta unos 40,0% (en peso)	desde unos 30,0% hasta unos 70,0% (en peso)

CATALIZADORES AGREGADOS

Es sabido en el presente ramo que el proceso de termosolidificación o fijación por calor de las resinas de aminoaldehído solubles en agua se catalizan mediante ácidos p. ej. o mediante sales de ácidos que a la temperatura de maduración o fijación (temperatura de termosolidificación) se disociarán en



226477

5 ácido libre. Estos ácidos y sales son solubles en agua y muchos de ellos son insolubles en sistemas solventes orgánicos. De las resinas de aminoaldehído orgánicas solubles en agua, las resinas de úreaformaldehído se catalizan en esta industria por la acción de catalizadores solubles en disolvente orgánico, p.ej. los diversos ácidos alquil-fosfóricos. El fenómeno expresado por "acción catalítica" se emplea en esta solicitud y se manifiesta bien por la reducción de tiempo de la termosolidificación a una temperatura dada, bien por la reducción de la temperatura de la termosolidificación durante un tiempo dado, requerida para producir la superficie convenientemente decorada y resistente a la abrasión húmeda,

10 Según este invento se ha hecho el sorprendente descubrimiento de que los catalizadores solubles en agua pueden realizar catalíticamente el proceso de termosolidificación de las resinas de melamina-aldehído solubles en disolvente orgánico cuando estas últimas se encuentran presentes en una emulsión estable de aceite en agua. De modo análogo las resinas de úrea-aldehído solubles en disolvente orgánico pueden también catalizarse del mismo modo.

15 Ejemplos de catalizadores adecuados son: el ácido tartárico, el ácido glicólico (ácido hidroxí-acético), ácido láctico, ácido benzóico, ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido fórmico entre otros. Estos ácidos se incorporan preferentemente en forma de sus sales amónicas, como el tartrato amónico, glicolato amónico, lactato amónico, sulfato amónico, nitrato amónico, fosfato amónico y benzoato amónico. Estas sales de amonio cuando se agregan a una emulsión que tiene un pH superior a 7, es-

226477



5  
tando el pH de la emulsión ajustado por amoniaco, son estables en la emulsión y después que se ha aplicado la pasta de estampación y calentado el estampado a temperaturas elevadas, se disociarán dejando ácido libre in situ, catalizando de este modo la reacción termosolidificante o fijadora. En lugar de las sales amónicas pueden emplearse otras sales que actúen de modo análogo, p. ej. las sales de morfolina.

#### FORMACION DE LOS CATALIZADORES IN SITU

10  
Según otra mejora del presente procedimiento pueden emplearse agentes superficialmente activos en las emulsiones pigmentadas de resina, que pueden ser un agente dispersor del pigmento o un agente emulsionador, que sea una sal de una base no fijada, p. ej. amoniaco o morfolina entre otros. Este agente superficialmente activo permanecerá inactivo y estable mientras  
15  
la emulsión se conserve con un pH superior a 7, y después que se haya terminado la decoración de los artículos textiles y la tela se haya calentado a temperatura elevada, se disociará en ácido libre que actuará como un catalizador para la reacción termofijadora de las resinas de amino-aldehído solubles en disolvente orgánico.  
20

25  
Ejemplos de estos son: los sulfatos de alcohol graso y amonio, p. ej. el sulfato amonio-oleílico, el sulfato cetil-amónico, sulfato lauril-amónico, sulfato oleil-morfolinico, éster dioctílico de ácido amonio-sulfosuccínico, sulfato amónico de un éster de ácido oleico de un compuesto alifático, sales amónicas de sulfonatos de aril-alquil-poliésteres, sulfonato de amonio-isopropil-naftaleno, etc.

226477



ADICION DE RESINAS DE AMINO-ALDEHIDO SOLUBLES EN AGUA

Según el presente invento se ha hecho el sorprendente descubrimiento de que pequeñas cantidades de resinas de amino-aldehído solubles en agua sensibilizan las resinas de amino-aldehído solubles en disolvente orgánico sometidas al proceso de termofijación.

Ejemplos: polímeros solubles en agua de trimetilol-melamina y hexametilol-melamina o sus ésteres metílico o etílico, entre otros. Resinas de úrea-aldehído solubles en agua y resinas sustituidas de úrea-aldehído. La cantidad de estos sensibilizadores es pequeña y de ordinario varía de 5% a 20% calculada sobre la porción concentrada de color de la pasta de estampación, o desde unos 0,2 partes en peso hasta 1 parte en peso por cada parte en peso de pigmento seco en la composición para decorar los artículos textiles. En la proporción preferida de 0,6 partes en peso por cada parte en peso de pigmento se alcanza el grado de mejores resultados. La naturaleza química de esta reacción no se ha investigado completamente. La resina Reslooc M-75, la Aerotex M-3 y el Lyofix CH son ejemplos de productos que pueden adquirirse en el comercio y utilizarse en esta fase del presente invento.

EJEMPLOS ILUSTRATIVOS

Los siguientes ejemplos servirán para ilustrar el procedimiento, y los productos y las mejoras logradas con el presente invento.

Ejemplo 1 (Una emulsión fijadora de la clase antigua)

La emulsión fijadora de este invento lleva un contenido total de 40,8% de no volátil, 2,91% de la resina de éster no

226477



volátil descrita en el ejemplo 2 de la patente española n<sup>o</sup> 209, 130, 0,32% de resina no volátil de melamina-formaldehído, soluble en disolvente orgánico, 36,39% de elastómeros no volátil, que es una combinación de un copolímero de acrilonitrilo y butadieno y un copolímero de cloruro de polivinilo y acetato de polivinilo, 0,89% de coloide protector y 0,29% de agente superficialmente activo. La porción volátil es en su mayoría agua con algún disolvente orgánico presente.

El producto de este ejemplo constituye una emulsión fijadora que se encuentra ahora en el comercio y puede utilizarse para hacer comparaciones que ilustren la mejora del presente procedimiento.

Ejemplo 2 (Una emulsión aclaradora extendedora de la clase antigua).

Este ejemplo se refiere a una emulsión típica extendedora aclaradora que puede adquirirse en el comercio

		<u>Partes en peso</u>
I	Agua	20,30 lbs.
	Amoniaco	.25 lbs
<hr/>		
II	Polvo de metilcelulosa (4000 cps) seco	.30 lbs ( a .50 lbs)
	Disolvente	1.20 lbs
<hr/>		
III	Agua	26.05 lbs
	Disolvente de petróleo	49.75 lbs
<hr/>		
IV	Emulsionador	1.65 lbs
	Concentrado extendedor	.50 lbs
		<hr/>
		100.00 lbs



226477

Instrucciones:

I Medir el agua y el amoniaco dentro de un tanque mezclador de tamaño adecuado. Se pone en marcha el mezclador.

5 II Se mezcla en una cuba con espátula o palo, polvo de metilcelulosa y disolvente hasta que la metilcelulosa seca esté completamente humedecida. Luego se vierte la mezcla dentro de "I" mientras marcha el mezclador. Mezclar durante dos a tres minutos hasta que la metilcelulosa esté intensamente dispersa en agua y se obtenga una disolución sin grumos.

10 III Agregar agua y luego disolvente de petróleo en "I" mientras sigue la mezcla.

15 IV Agregar el emulsionador y el concentrado extendedor a "I" mientras sigue la mezcla. Luego se mezcla durante otros cinco a diez minutos para obtener una emulsión homogénea y uniforme.

Nota:

20 Si se desea un extendedor de más viscosidad, que el que se obtiene empleando 30% de metilcelulosa, se puede aumentar el contenido de metilcelulosa a .50% o a más alto grado. Esto significa que cuando se practica una fórmula en peso, se emplearán 0,50 lbs. de metilcelulosa por 100 lbs y de la fórmula se rebaja la correspondiente cantidad de agua.

25 Los concentrados extendedores empleados en el presente ejemplo contienen 25% de resina no volátil de melamina-formaldehído, butilada y soluble en disolvente orgánico, 25% de disolvente orgánico que es una mezcla de xilol y alcohol butílico, un agente emulsionador en la proporción de 1% a 5% (expresado como agente emulsionador "activo") y algún coloide protector, comple



226477

tándose con agua.

El emulsionador empleado en la emulsión extendedora acil  
radora del presente ejemplo lleva 30% de ingrediente activo que  
es un sulfato alquílico.

5 Ejemplo 3

Este ejemplo se refiere a la preparación de una disper-  
sión de pigmento en agua y sirve para ilustrar un producto inter-  
medio utilizable en este procedimiento (correspondiente al ejem-  
plo 4 de la patente española 209.130).

10 A una torta verde de prensado de ftalocianina, que se  
vende en el comercio con el nombre de torta de prensado Heliogen  
Green GV y que posee un contenido de 27,6% de pigmento se agre-  
gó polvo seco de Duponol MB, para obtener 18% de Duponol en el  
15 contenido de pigmento, y se agregó polvo seco de Nekal A para ob-  
tener 2% más de contenido de pigmento. La torta de prensado se  
mezcló a mano con espátula y después de 5 minutos se tornó com-  
pletamente líquida. Se ha descubierto que la adición de polvo se-  
co que es absorbente y no aumenta el contenido de agua, produce  
resultados muy satisfactorios. Sin embargo la mezcla previa cons  
20 tituye algún problema y se necesitan agitadores provistos de cu-  
chillas, p. ej. un mezclador mecánico de cuchillas, para fluidi-  
ficar la torta de prensado en una papilla. Los tipos de hélice  
u otros agitadores del tipo de turbina no trabajarán bien en es-  
ta fase del procedimiento ya que no conseguirán desmenuzar los  
25 terrones de la torta de prensado. La mezcla previa se dispersa  
luego más con auxilio de un homomezclador Eppenbach, que es un  
mezclador cerrado de turbina de elevada velocidad que tiene un  
espacio pequeño entre la turbina y el estator. Gira a unas 3600



226477

rev/min. Basta con unos 15 minutos, pero en algunas ocasiones puede llegarse a 30 minutos. Un mezclador con motor de 5 HP dispersa satisfactoriamente una cantidad de 500 lbs. de torta de prensado en un tambor con tamaño de 55 a 60 gal. (Tambor de cabeza abierta). El ingrediente activo en el polvo seco de Duponol ME es el mismo que el de la pasta Duponol WA, esto es un sulfato industrial de sodiolaurilo.

La papilla homogeneizada se hace pasar por un molino coloidal para completar la dispersión y la defloculación. También da muy buenos resultados un molino de chinias para completar la defloculación y dispersión del pigmento. 24 horas a 48 horas de molturación proporcionan buenos rendimientos.

Ejemplo 4

Para ilustrar el presente procedimiento se prepara un concentrado de color pigmentado de aceite en agua a base de lo expuesto en la patente española n<sup>o</sup> 209.130 y que tenga la siguiente composición:

20	Resina de éster (p.ej. éster de aceite de ricino deshidratado de un producto de condensación de bifenol y epíclorhidrina, tomando 50% de disolución en xilol)	3,36% N.V. (no volátil)
25	Resina de melamina-formaldehído, soluble en disolvente orgánico, análoga al Melmac 245-8, aplicada de una mezcla de disolución al 50% en xilol-butanol	0,37% N.V.
	Coloides protectores	1,61% N.V.
	Agentes superficialmente activos, p.ej. sulfatos de alcohol graso, sulfonatos alquil-arílicos	1,96% N.V.
	Total N.V. libre pigmento	7,30% N.V.
	Pigmento	10,40% N.V.
	Total no volátil	17,70% N.V.

2 2 6 4 7 7

2



Disolvente orgánico no miscible en agua (de di soluciones resínicas)	3,73%
Agua	<u>78,57%</u>
T O T A L	100,00%

5 El pigmento de este ejemplo es un violeta de tina, Co  
lor Index nº 1104. Este producto se prepara haciendo primero  
una dispersión de pigmento en agua siguiendo el método expli -  
cado en el ejemplo 4 y mezclando con éste una emulsión prepa -  
rada de resina del tipo de aceite en agua. Los agentes super -  
ficialmente activos comprenden los agentes dispersores de pig -  
mentos empleados en la preparación de la dispersión acuosa del  
10 pigmento y los agentes emulsionadores empleados en la prepara -  
ción de la emulsión resínica. Los coloides protectores se em -  
plean parcialmente en el componente de la dispersión del pig -  
mento y se derivan en parte del componente de la dispersión pig -  
mentaria y en parte del componente de la emulsión resínica. El  
15 producto de este ejemplo es un concentrado pigmentado de color  
de aceite en agua. En este ejemplo pueden variarse las resinas  
y los pigmentos empleando otros productos equivalentes descri -  
tos en esta memoria.

Ejemplo 5

Este ejemplo se prepara de modo análogo al producto del ejemplo 4. Contiene los siguientes ingredientes:

Resina de éster	10,63% N.V.
Resina de melamina-formaldehído soluble en di - solvente orgánico	1,17% N.V.
Coloide protector	3,99% N.V.
Aceite superficialmente activo	<u>6,45% N.V.</u>

5

10

15

20

25

226477



	Total N.V. libre pigmento	22,24% N.V.
Pigmento		28,85% N.V.
	Total no volátil	51,09% N.V.
Disolvente orgánico no miscible con agua		11,80%
Agua		37,11%
	<b>T O T A L</b>	<b>100,00%</b>

El pigmento de este ejemplo es un matizador de pigmento inorgánico amarillo cadmio. A causa del poco poder absorbente del agua de este pigmento puede prepararse un concentrado de color con contenido de pigmento considerablemente mayor que en el caso del pigmento de violeta de tina del ejemplo 4.

El ejemplo 4 constituye un concentrado de color pigmentado en emulsión resínica de aceite en agua con una pigmentación relativamente menor y el ejemplo 5 constituye un producto similar con una elevada pigmentación. Por lo que toca a la pigmentación y para fines ilustrativos, los productos de los ejemplos 4 y 5 pueden considerarse como representativos de los extremos inferior y superior.

Ejemplo 6

A continuación damos un método convencional de fórmulas para pastas de estampación:

A. Preparación de una pasta de estampación de 1:4 en peso:

100 partes en peso de concentrado de color, p. ej. el del ejemplo 4 o el del ejemplo 5.

50 partes en peso de emulsión fijadora de resina del ejemplo 1.

350 partes en peso de emulsión extendedora aclaradora del ejemplo 2.

Total 500 partes en peso

Esta preparación contiene 20% en peso de concentrado de color.

226477



B. Preparación de una pasta de estampación de 1:49 en peso:

50 partes en peso de una pasta de estampación a 1:4 en peso como la descrita en este ejemplo en A.

450 partes en peso de emulsión extendedora aclaradora del ejemplo 2

Total 500 partes en peso

Esta preparación contiene 2% en peso de concentrado de color.

C. Preparación de una pasta de estampación a 1:99 en peso:

5 partes en peso de la pasta de estampación al 1:4 en peso descrita en el apartado A de este ejemplo.

95 partes en peso de emulsión extendedora aclaradora del ejemplo 2

Total 100 partes en peso

Esta preparación contiene 1% en peso de concentrado de color.

D. Preparación de una pasta de estampación al 1:199 en peso:

2,5 partes en peso de la pasta de estampación al 1:4 en peso descrita en el apartado A de este ejemplo.

97,5 partes en peso de emulsión extendedora aclaradora del ejemplo 2.

Total 100,0 partes en peso

Esta preparación contiene 0,5% en peso de concentrado de color.

Empleando los concentrados de color de los ejemplos 4 y 5, las pastas de estampación respectivas dieron en el análisis las constantes a continuación indicadas:

CUADRO 1

EXISTEN EN 100 PARTES EN PESO DE PASTA DE ESTAMPACION

COMPONENTES NO VOLATILES DE FIJADORES

Resinas de amino-aldehído no volátiles solubles en disolvente orgánico

Propor. en peso	Concentrado color	Pigmento no volátil	Resinas de éster no volátiles	Resinas de amino-aldehído no volátiles solubles en disolvente orgánico	Elastómero no volátil	Fijador total no volátil	Total no volátil
1:4 (6A)	Concentrado color de ejemplo 4 (violeta)	2,08	0,96	0,20	3,84	4,80	6,88
1:49 (6B)	Concentrado color de ejemplo 5 (amarillo)	3,77	2,41	0,36	3,64	6,41	13,18
1:99 (6C)	Concentrado color de ejemplo 4 (violeta)	0,208	0,096	0,137	0,364	0,597	0,803
1:99 (6C)	Concentrado color de ejemplo 5 (amarillo)	0,577	0,241	0,153	0,364	0,758	1,335
1:199 (6D)	Concentrado color de ejemplo 4 (violeta)	0,104	0,048	0,133	0,182	0,363	0,467
1:199 (6D)	Concentrado color de ejemplo 5 (amarillo)	0,289	0,121	0,141	0,182	0,444	0,733
1:199 (6D)	Concentrado color de ejemplo 4 (violeta)	0,052	0,024	0,132	0,091	0,247	0,299
1:199 (6D)	Concentrado color de ejemplo 5 (amarillo)	0,144	0,060	0,136	0,091	0,287	0,451

2 2 6 4 7 7



FEB 1 1956

CUADRO 2

El cuadro 2 ilustra la proporción en peso de los tres principales ingredientes fijadores a base de una parte en peso de pigmento seco presente en la pasta de estampación en la proporción en peso de 1:4 en este ejemplo.

	Empleando concentrado color del ejemplo 4 (violeta)	Empleando concentrado color del ejemplo 5 (amarillo)
Pigmento seco	<u>1 parte en peso</u>	<u>1 parte en peso</u>
Resina de éster	0,46 " " "	0,42 " " "
Resina de amino-aldehído soluble en disolvente orgánico	0,10 " " "	0,06 " " "
Elastómero	<u>1,75</u> " " "	<u>0,63</u> " " "
Total fijador por 1 lb de pigmento	2,31 partes en peso	1,11 partes en peso

CUADRO 3

Considerando los tres componentes fijadores del cuadro 2 como 100 partes en peso, las proporciones porcentuales de los tres componentes fijadores en las pastas de estampación en la proporción de 1:4, son las siguientes:

	Empleando concentrado color del ejemplo 4 (violeta)	Empleando concentrado color del ejemplo 5 (amarillo)
Resina de éster	19,9% en peso	37,8% en peso
Resina de amino-aldehído soluble en disolvente orgánico	4,3% " "	5,4% " "
Elastómero	<u>75,8%</u> " "	<u>56,8%</u> " "
	100,0% en peso	100,0% en peso



El presente invento se ilustra por la siguiente preparación de las composiciones.

Ejemplo 7

I. En la primera fase de la preparación se pone en peso dentro de un depósito:

Agua -----	9	187,73	partes en peso
Lecitina-----		7,70	" " "
Pasta de sulfato sodio-laurílico, grado industrial, 30% activo (p.ej. Duponol WAQ)-----		265,40	" " "
Agente antiespumante (p.ej. Span 85 que es un derivado del sorbitol)---		7,10	" " "
Amoniaco acuoso concentrado, 26 <sup>a</sup> Be-		15,97	" " "
Disolución al 18% de caseína en agua (véase después)-----		84,80	" " "
Morfolina-----		15,70	" " "

II. En la segunda fase, mezclar previamente:

Metilcelulosa 15 cps -----		11,60	" " "
Espíritu mineral-----		11,60	" " "

para humedecer la superficie de la metilcelulosa, agregar luego poco a poco en porciones cada vez mayores, mezclar previamente agitando con agitador de turbina cerrado de alta velocidad, a la mezcla acuosa de "I" anterior.

III. En tercer lugar: mezclar previamente los siguientes ingredientes como mezcla de resina:



5

Resina de éster análoga p.ej. a un éster de aceite de ricino deshidratado del producto de condensación de epíclorhidrina y bifenol (p.ej. Epitex 120) 50% no volátil en xilol..... 172,70 partes en peso

Mezcla secadora (véase después)..... 2,80 " " "

10

Resina de melamina - formaldehído modificada por butanol, 50% no volátil en mezcla de xilol y butanol, p.ej. Resimene 875.. 216,90 " " "  
1000,00 partes en peso

Agregar la mezcla resínica de III en porciones crecientes y poco a poco en mezclador del tipo de turbina cerrada de alta velocidad a la mezcla de "I" y "II" anteriores.

15

Mezcla Secadora

Disolución de naftenato de plomo, 24%; contenido metálico 20 partes en peso.

Disolución de naftenato de cobalto, 6%; contenido metálico 25 partes en peso.

20

Disolución de naftenato de cinc, 6%; contenido metálico 30 partes en peso.

Disolución de caseína

Caseína seca, 7,75 partes en peso (Protovac 8397), 90% activo.

Agua, 31 partes en peso.

25

Dowicide A, 0,0775 partes en peso (1% respecto caseína).

Dowicide G, 0,0775 partes en peso (1% respecto caseína).

Amoniaco concentrado, 0,1163 partes en peso (1,5% respecto caseína).



### Ejemplo 8

Se ponen en un tanque o depósito 637,6 partes en peso del producto del ejemplo 7 y se le agrega una mezcla de latex de 362,4 partes en peso hasta un total de 1000 partes en peso. El contenido no volátil de la mezcla de latex utilizada en este ejemplo es de 43%. Por ejemplo, 100 partes en peso de componentes no volátiles de latex pueden contener 76,7 partes en peso de un copolímero de acrilonitrilo y butadieno y 23,3 partes en peso de cloruro polivinílico. En este ejemplo pueden emplearse otros latex elastómeros del presente invento, haciendo la sustitución a base del contenido no volátil del latex en cuestión.

### Ejemplo 9

Este ejemplo se prepara del mismo modo que el ejemplo 7, a excepción de que se sustituye el sulfato amonio-laurílico de grado industrial con 30% activo, por el sulfato sodio-laurílico empleado en el ejemplo 7.

### Ejemplo 10

Este ejemplo se prepara del mismo modo que el ejemplo 8, a excepción de que se utiliza el producto del ejemplo 9 en lugar del producto del ejemplo 7.

Las emulsiones fijadoras compuestas de los ejemplos 8 y 10 contienen aproximadamente 35 a 37% de componentes no volátiles. Además: contienen aproximadamente 5,51% en peso de resina no volátil de éster, 6,92% en peso de resina de amino-aldehído no volátil y 16,60% en peso de elastómero no volátil. Teniendo en cuenta que la suma total de estos tres porcentajes



sea igual a 100, las proporciones de los fijadores son: aproximadamente 19,7% en peso de resina de éster, aproximadamente 24,7% en peso de resina de amino-aldehído y aproximadamente 55,6% en peso de elastómeros.

5 Ejemplo 11

Se prepara un producto similar al del ejemplo 8, pero ajustando el contenido de resina de éster no volátil a 5,68% en peso, la resina de amino-aldehído no volátil soluble en disolvente orgánico, a 7,12% y el elastómero no volátil, a 16,38% en peso. En este ejemplo si el total no volátil de los tres ingredientes fijadores es de 100 partes en peso el contenido de resina de éster es de 19,5% en peso, la resina de amino-aldehído es de 24% en peso y el elastómero de 56,1% en peso.

10 Ejemplo 12

15 Una emulsión extendedora aclaradora se prepara como sigue:

Se pone en un depósito mezclador

23,65 partes en peso de la emulsión del ejemplo 11,

9,52 partes en peso de disolución al 3% de metilcelulosa 4000 cps en agua,

1,57 partes en peso de sulfato de amonio-laurilo, grado industrial, 30% activo,

0,20 partes en peso de agente antiespumante, p.ej. Span 85, un derivado de sorbitol,

12,02 partes en peso de agua.

25 Se mezclan estos ingredientes y se incorporan en porciones empleando un agitador de turbina cerrada de elevada velocidad:

48,04 partes en peso de espíritu mineral

Total 100,00 partes en peso:



Esta emulsión extendedora aclaradora contiene 1,63% en peso de componente no volátil de resina estérea, 2,05% en peso de componente no volátil de resina de amino-aldehído soluble en disolvente orgánico, y 4,69% en peso de componente no volátil de elastómero.

En 100 partes de componentes fijadores no volátiles, contiene este producto 18,5 por ciento en peso de resina de éster, 24,4% en peso de resina de amino-aldehído y 56,1% en peso de elastómero.

Ejemplo 13

Una emulsión extendedora aclaradora se prepara como sigue:

Póngase en un depósito mezclador:

12,97% en peso de la emulsión del ejemplo 11,

10,00 partes en peso de disolución acuosa al 3% de metilcelulosa 4000 cps,

1,65 partes en peso de sulfato amonio-laurílico, grado industrial, 30% activo,

0,21 partes en peso de un agente antiespumante, p.ej. Span 85, un derivado del sorbitol,

24,71 partes en peso de agua.

Se mezclan estos ingredientes y se incorporan en porciones empleando un agitador de turbina cerrada de alta velocidad:

50,46 partes en peso de espíritu mineral

Total 100,00 partes en peso.

Esta emulsión extendedora aclaradora contiene 0,74% en peso de componente no volátil de resina estérea, 0,92% en



peso de componente no volátil de resina de amino-aldehído soluble en disolvente orgánico, y 2,12% en peso de componente no volátil de elastómero.

5 Las proporciones de los porcentajes en el componente fijador de esta emulsión extendedora aclaradora son similares a las del ejemplo 12.

Ejemplo 14

Este ejemplo ilustra la preparación de una pasta de estampación según el presente invento:

10 A. Preparación de una pasta de estampación en proporción de 1:4 en peso

100 partes en peso de concentrado de color, p. ej. el del ejemplo 4 o del ejemplo 5,

100 partes en peso de la emulsión del ejemplo 11,

15 10 partes en peso de resina de melamina-formaldehído soluble en agua, 60% de contenido no volátil (p.ej. Resloom M-75),

290 partes en peso de emulsión extendedora aclaradora del ejemplo 12 o del ejemplo 13,

Total 500 partes en peso

Esta composición contiene 20% en peso de concentrado de color.

20

B. Preparación de una pasta de estampación con la proporción en peso de 1:49:

50 partes en peso de la pasta de estampación al 1:4 en peso como la descrita en este ejemplo y además antes (14-A).

450 partes en peso de la emulsión extendedora aclaradora del ejemplo 12 o del ejemplo 13

25

Total 500 partes en peso

Esta composición contiene 2% en peso de concentrado de color.



C. Preparación de una pasta de estampación en la prop. de 1:99 en peso:

5 partes en peso de la pasta de estampación de 1:4 en peso descrita en este ejemplo y también antes (14-A).

95 partes en peso de la emulsión extendidora aclaradora del ejemplo 12 o del ejemplo 13.

5  
Total 100 partes en peso

Esta composición contiene 1% en peso de concentrado de color.

D. Preparación de una pasta de estampación con la prop. de 1:199 en peso

10  
2,95 partes en peso de la pasta de estampación en la proporción de 1:4 en peso descrita en este ejemplo y también antes (14-A).

97,5 partes en peso de emulsión extendidora aclaradora del ejemplo 12 o del ejemplo 13.

15  
Total 100,0 partes en peso

Esta composición contiene 0,5% en peso de concentrado de color.

Empleando las emulsiones extendedoras aclaradoras de los ejemplos 12 y 13 las pastas de estampación aquí citadas presentan el siguiente análisis:

CUADRO 4

EXISTEN EN 100 PARTES EN PESO DE PASTA DE ESTAMPACION

Proporc. en peso	Pigmento no volátil	Resinas de no- éster no volátiles	Resinas de no- aldehído no volátiles sola- bles en disol- vente orgánico	Elastómero no volátil	Resina N.V. de amino-al- dehído solu- ble en agua	Fijador total no volátil	Total No volátil
Concentrado color de ejemplo 4 (vio- leta) empleando emul.extend.aclar. de ejemplo 12	2,08	2,75	2,68	6,00	1,20	11,45	14,71
Concentrado color de ejm.4 (violeta) empleando emul. extend. aclar. de ej. 13	2,08	2,24	2,03	4,51	1,20	8,78	12,06
Concentrado color de ej. 5 (amari- llo)empleando emul.extend.aclar. de ej. 12	3,77	4,21	2,84	6,00	1,20	13,05	20,02
Concentrado color de ejemplo 4 (vio- leta)empleando emul. extend.aclar. de ej. 12	0,208	1,744	2,104	4,82	0,12	8,668	8,996
Concentrado color de ej.4(violeta)em- pleando emul.extend aclar.de ej. 13	0,208	0,89	1,03	2,36	0,12	4,28	4,608
Concentrado color ej.5 (amarillo em- pleando emul.extend aclar. de ej. 12	0,577	1,89	2,12	4,82	0,12	8,83	9,527

1:49  
(14B)

2



2 2 6 4 7 7

CUADRO 4 (Apartado C)

1:99  
(14C)

Concentrado color de ej. 4 (violeta) empleando emuls. extend. aclar. de ej. 12	0,104	1,687	2,072	4,755	0,06	8,514	8,678
--	-------	-------	-------	-------	------	-------	-------

Concentrado color de ej. 4 (violeta) empleando emuls. extend. aclar. de ej. 13	0,104	0,615	0,976	2,24	0,06	4,031	4,195
--	-------	-------	-------	------	------	-------	-------

Concentrado color de ej. 5 (amarillo) empleando emuls. extend. aclar. de ej. 12	0,289	1,760	2,06	4,765	0,06	8,595	8,944
---	-------	-------	------	-------	------	-------	-------

1:199  
(14D)

Concentrado color de ej. 4 (violeta) empleando emuls. extend. aclar. de ej. 12	0,052	1,659	2,056	4,723	0,03	8,458	8,520
--	-------	-------	-------	-------	------	-------	-------

Concentrado color de ej. 4 (violeta) empleando emuls. extend. aclar. de ej. 13	0,052	0,777	0,948	2,18	0,03	3,905	3,987
--	-------	-------	-------	------	------	-------	-------

Concentrado color de ej. 5 (amarillo) empleando emuls. extend. aclar. de ej. 12	0,144	1,695	2,06	4,723	0,03	8,478	8,652
---	-------	-------	------	-------	------	-------	-------

226477



Nota al cuadro 4:

La columna encabezada "Total Fijadores N.V." es la suma de la resina estérea N.V. más la resina N.V. de amino-forfaldehído soluble en disolvente orgánico y más el elastómero N.V. No contiene la resina N.V. de amino-aldehído soluble en agua.

La columna "Total N.V." de este cuadro comprende el pigmento y también la resina N.V. de amino-aldehído soluble en agua.



CUADRO 5

El cuadro 5 señala la proporción en peso de los tres ingredientes fijadores principales a base de 1 parte en peso de pigmento seco presente en la composición de la pasta de estampación de este ejemplo en la proporción de 1:4 en peso.

5

10

15

	Empleando con- centrado color de ej.4 (violeta) con emul.ex tend.aclar. de ej. 12	Empleando con- centrado color de ej.4 (violeta) con emul.ex tend.aclar. de ej. 13	Empleando con centrado color de ej.5 (amarillo) con emul. extend.aclar. de ej. 12
Pigmento seco	<u>1 p. peso</u>	<u>1 p. peso</u>	<u>1 p. peso</u>
Resina de éster	1,32 "	1,08 "	0,73 "
Resina de amino-aldehído soluble en disolvente orgánico	1,29 "	0,98 "	0,49 "
Elastómero	2,88 "	2,17 "	1,04 "
Resina de melamina-formaldehído soluble en agua	<u>0,58 "</u>	<u>0,58 "</u>	<u>0,21 "</u>
Total fijador por 1 lbs. pigmento	6,07 p.peso	4,81 p. peso	2,47 p.peso

CUADRO 6

Teniendo en cuenta los tres componentes fijadores del cuadro 2 como 100 partes en peso, las proporciones porcentuales de los tres componentes fijadores son las siguientes:

20

25

	Empleando con centrado color de ej.4 (violeta) con emul.leta extend.aclar. de ej.12	Empleando con centrado color de ej.4 (violeta) con emul.leta extend.aclar. de ej. 13	Empleando con centrado color de ej.5 (amarillo) con emul. extend.aclar. de ej. 12
Resina de éster	24,00% en p.	25,5% en p.	32,35% en p.
Resina de amino-aldehído soluble en disolvente orgánico	23,50" " "	23,2" " "	21,65" " "



Elastómero	52,50% en p.	51,3% en p.	46,00% en p.
	<u>100,00%</u>	<u>100,0%</u>	<u>100,00%</u>
	" "	" "	" "

Ejemplo 15

5 Se preparan pastas de estampación según este ejemplo de modo análogo a las empleadas en el ejemplo 14, a excepción de que el producto del ejemplo 6 se emplea en el estampado tanto como aditamento a la pasta de estampación al preparar composiciones de 1:4, que como base para preparar las emulsiones extendedoras aclaradoras de los ejemplos 12 y 13. En las emulsio-

10 nes extendedoras aclaradoras utilizadas en este ejemplo el sulfato de alcohol amonio-laurílico se sustituye por sulfato sodio-laurílico, 30% activo de concentración industrial. Otra diferencia respecto al ejemplo 14 lo constituye la sustitución de la resina de melamina soluble en agua por la emulsión extendedora aclaradora al preparar composiciones 1:4. Este ejemplo se trae

15 para ilustrar una pasta de estampación que no contiene resina de melamina soluble en agua ni tampoco un catalizador. Se prepara una disolución de catalizador disolviendo en agua tartrato amónico para obtener una concentración de aproximadamente 30%. Una disolución catalítica similar puede prepararse empleando 25

20 partes de ácido tartárico 25 partes de amoníaco concentrado y 50 partes de agua. El amoníaco debe ser de suficiente concentración para convertir el ácido tartárico en tartrato amónico soluble.

25 Pastas de estampación señaladas en el cuadro 5 del ejemplo 14, aunque modificadas como se indica anteriormente en este ejemplo 15, se estampan sobre artículos textiles sin emplear catalizador y se designan como grupo "X". Otro grupo "Y" de estas



5 pastas de estampación se estampan sobre artículos textiles sien-  
do el grupo "Y" idéntico al grupo "X" a excepción de que la diso-  
lución catalítica anterior se agrega en la proporción de 2 par-  
tes de disolución catalítica por cada 100 partes de pasta de  
estampación. Se han ensayado estampados de los grupos "X" y "Y"  
por lo que toca a la velocidad de maduración o fijación y se ha  
descubierto una ventaja manifiesta en favor de las pastas de es-  
tampación del grupo "Y" conteniendo catalizador.

#### Ejemplo 16

10 A una pasta de estampación del ejemplo 15 que contiene  
el catalizador de tartrato amónico (grupo "Y") se agrega una di-  
solución de resina de melamina soluble en agua con un contenido  
de 60% de no volátil, en la proporción de 10 partes de disolu-  
ción de resina de melamina por cada 100 partes de concentrado  
15 de color presente en la pasta de estampación, designándose como  
grupo "Z" esta pasta modificada. Si se ensaya la maduración del  
grupo "Z" y se compara con el grupo "X" y el grupo "Y", se com-  
prueba que el grupo "Z" es bastante superior y presenta una ve-  
locidad de maduración grandemente aumentada. Además los estem-  
20 pados del grupo "Z" pueden adaptarse fácilmente para trabajar  
con maduradores de tina y maduradores ácidos, sin maduración y  
con este tratamiento posterior comunicará excelentes propieda-  
des de solidez para el lavado abrasivo.

#### Ejemplo 17

25 En la fase "I" de este ejemplo se prepara una disper-  
sión de pigmento azul de ftalocianina en agua según el método  
descrito en el ejemplo 3, con un contenido final de pigmento de  
17,48% en peso. Esta dispersión pigmentaria posee un contenido



total no volátil de 23,45 y además de los agentes dispersores del pigmento descritos en el ejemplo 3 contiene la cantidad de unas 17,33 partes en peso de coloide protector por cada 100 partes en peso de pigmento seco.

5 En la fase "II" de este ejemplo se prepara una emulsión fijadora modificada con la emulsión del ejemplo 10, como sigue: en 1000 partes en peso del producto del ejemplo 10 se emulsio-  
nan 1000 partes en peso de espíritu mineral agregando el espí-  
ritu mineral en porciones y agitando con un agitador de turbina  
10 cerrada de elevada velocidad. La emulsión fijadora modificada de este ejemplo posee en total 2000 partes en peso. Esta emul-  
sión contiene 17,80% de material no volátil.

15 En la fase "III" de este ejemplo la emulsión fijadora se mezcla con la dispersión acuosa del azul de ftalocianina de este ejemplo en la proporción de 100 partes de dispersión azul y 400 partes de emulsión fijadora modificada, obteniendo un to-  
tal de 500 partes en peso de pasta de estampación, designada  
por 17-A.

20 En otra modificación de este ejemplo se mezclan 100 par-  
tes en peso de dispersión azul con 390 partes de la emulsión fi-  
jadora modificada y 10 partes de resina de melamina-aldehído so-  
luble en agua con un contenido de 60% no volátil, obteniendo un  
total de 500 partes en peso de pasta de estampación designada  
por 17-B.

25 En la primera modificación de este ejemplo (17-A): por  
cada parte en peso de pigmento seco existen en ella 0,630 par-  
tes en peso de resinas de éster, 0,792 partes en peso de resina  
de amino-aldehído soluble en disolvente orgánico, y 1,785 par -



2

tes en peso de elastómero. En la segunda modificación de este ejemplo (17-B) existe en la pasta de estampación por cada parte en peso de pigmento seco, 0,615 partes en peso de resina de éster, 0,772 partes en peso de resina de amino-aldehído soluble en disolvente orgánico, 1,740 partes en peso de elastómero y 0,343 partes en peso de resina de melamina-formaldehído soluble en agua.

Las dos pastas de estampación del presente ejemplo, producen, después de la maduración, estampados que presentan una excelente resistencia al lavado abrasivo. Sin embargo la segunda modificación (17-B) produce una solidez aumentada cuando el tratamiento posterior de los estampados se realiza en madurador ácido o madurador de tina y no en una estufa de maduración.

#### Ejemplo 18

El producto del ejemplo 18 se prepara variando en el contenido no volátil de fijador las proporciones de los tres ingredientes principales como se sigue:

	Alternativa I	Alternativa II	Alternativa III	Alternativa IV
Resina de éster	22,56	32,20	28,37	19,77
Resina de amino-aldehído soluble en disolvente orgánico	25,63	27,81	27,11	25,16
Elastómero	51,81	39,99	44,52	55,07
	100,00	100,00	100,00	100,00

#### Ejemplo 19

Un líquido de relleno se prepara como sigue:

5 partes en peso de una composición de 1:4 en peso de violeta preparada con emulsión extendidora aclaradora del ejemplo 13, como se ha descrito en el ejemplo 14.



30 partes en peso de emulsión extendedora aclaradora del ejemplo 13.

65 partes en peso de agua, totalizando

100 partes en peso.

Este líquido se coloca en la tina de un chapoteador y se impregna con él una tela de algodón de 80 x 80. Se aplican en el agitador dos inmersiones y dos amordentados y la tela teñida y batida se hace pasar a través de una estufa secadora con 200° F. de temperatura y provista de conveniente circulación de aire. La tela secada se pasa luego a través de una estufa de maduración y se calienta durante 3 minutos a 300° F.

#### Ejemplo 20

Se prepara un concentrado de color violeta en conformidad con el ejemplo 4, con la variación de que el contenido de pigmento se reduce desde 10,40% en peso a 8,78% en peso y el contenido de agua se aumenta desde 78,57% en peso a 80,19% en peso, sin cambiar todos los otros ingredientes. Para hacer comparaciones se preparan las pastas de estampación de los ejemplos 6-A, 6-B, 6-C y 6-D y las pastas de estampaciones de los ejemplos 14-A, 14-B, 14-C y 14-D, las últimas en un caso con emulsión extendedora aclaradora del ejemplo 12 y en otro caso, con emulsión extendedora aclaradora del ejemplo 3. Después de igual maduración la resistencia al lavado abrasivo es mucho mayor con estampados obtenidos con pastas de estampación preparadas en conformidad con el ejemplo 14.

#### Ejemplo 21

Se repite el ejemplo 17 con otros pigmentos, variando en la fase I la preparación de las dispersiones de pigmento, como sigue:



21-A Empleando azul de ftalocianina produciendo 19,3% en peso de contenido de pigmento en dispersión acuosa;

21-B Empleando violeta de tina como se utiliza en el ejemplo 4, produciendo 10,4% en peso de contenido de pigmento en dispersión acuosa;

21-C Empleando amarillo cadmio, produciendo 55,35% en peso de contenido de pigmento en dispersión acuosa;

21-D Empleando verde de ftalocianina, produciendo 25,35% en peso de contenido de pigmento en dispersión acuosa.

En todos los casos se emplearon 20,0% en peso de agentes superficialmente activos dispersores del pigmento y 17,33% en peso de coloide protector, calculados a base del contenido de pigmento seco, como en el ejemplo 17, fase I.

En las pastas de estampación con la proporción de 1:4 pastas de estampación conteniendo concentrados de color pigmentario al 20% para cada parte en peso de pigmento seco, los componentes fijadores fueron los siguientes:

	Resina de éster	Resina de aminoaldehído soluble en disolvente orgánico	Elastómero	Total fijador N.V.
Azul 21-A	0,56	0,70	1,58	2,84
Violeta 21-B	1,03	1,30	2,93	5,26
Amarillo 21-C	0,19	0,24	0,55	0,98
Verde 21-D	0,42	0,53	1,20	2,15

Empleando para la dilución la emulsión extendedora aclaradora del ejemplo 13, los componentes de la resina fijadora tienen la siguiente proporción:

226477

- 53 -

=2F



Resina de éster	Resina de aminoaldehído soluble en disolvente orgánico.	Elastómero	Total fijador V.	Resina de aminoaldehído soluble en agua.
-----------------	---	------------	------------------	--

5	Composiciones de 1:4 (20% concentrado color pigmentario en pasta estampación)	2,149	2,699	6,084	10,932	1,20
10	Composiciones 1:49 (2% concentrado color pigmentario en pasta estampación)	0,881	1,098	2,516	4,495	0,120
15	Composiciones 1:99 (1% concentración color pigmentario con pasta estampación)	0,810	1,009	2,318	4,137	0,060
20	Composiciones 1:199 (0,5% concentrado color pigmentario en pasta estampación)	0,775	0,964	2,219	3,958	0,030

En las pastas de estampación de los ejemplos 6, 14, 15, 16 y 20 se emplearon concentrados de color pigmentario que contenían fijadores de resina. En las pastas de estampación de los ejemplos 17 y 21 se emplearon concentrados de color pigmentario exentos de resina.

25

Debe entenderse que los anteriores ejemplos y formas de ejecución del invento se han dado a título meramente ilustrativo y no deben considerarse como limitadores del alcance

226477

- 54 -



del invento.

-----

Por lo que respecta al empleo de catalizadores agregados se ha podido comprobar que la cantidad de catalizador varía en dependencia del catalizador empleado y de los otros ingredientes existentes en la pasta de estampación. En la mayoría de los casos la cantidad adecuada puede encontrarse dentro del orden desde 0,1% en peso hasta unos 2% en peso calculados a base del peso total de la pasta de estampación.



N O T A

Este registro consta de las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Mejoras en la obtención de pastas de estampación pigmentadas de emulsión de aceite en agua adecuadas para la estampación de artículos textiles con resistencia mejorada al lavado abrasivo, caracterizadas porque la pasta comprende como componentes fijadores de la resina una resina de éster de ácido graso, un elastómero y una resina de aminoaldehido termosolidificante, la cual es soluble en disolvente orgánico, hallándose presente la resina de aminoaldehido en una proporción porcentual desde unos 18% a unos 35% en peso calculada a base del peso total de los indicados componentes fijadores de la resina.

15 2.- Mejoras caracterizadas porque la pasta comprende como componentes fijadores de la resina una resina de éster de ácido graso, un elastómero y una resina de aminoaldehido termosolidificante, la cual es soluble en disolventes orgánicos, hallándose presente la citada resina de aminoaldehido en la proporción porcentual desde unos 18% hasta unos 35% en peso calculada a base del peso total de los indicados componentes fijadores de la resina, siendo la proporción de la cantidad no volátil de la citada resina de aminoaldehido en la pasta total de estampación del orden desde unas 0,60% en peso hasta unos 4% en peso.

25 3.- Mejoras caracterizadas porque la pasta comprende como componentes fijadores de la resina una resina de éster de ácido graso, un elastómero y una resina de aminoaldehido ter-



5 mosolidificante, la cual es soluble en disolventes orgánicos, hallándose presente la citada resina de amino-aldehído en la proporción porcentual desde unos 18% hasta unos 35% en peso calculada a base del peso total de los indicados componentes fijadores de la resina, llevando la citada pasta de estampa -  
ción como componente parcial una emulsión extendedora aclaradora.

10 4.- Mejoras caracterizadas porque la pasta comprende como componentes fijadores de la resina una resina de éster de ácido graso, un elastómero y una resina de amino-aldehído termosolidificante, la cual es soluble en disolventes orgánicos, hallándose presente la citada resina de amino-aldehído en la proporción porcentual desde unos 18% hasta unos 35% en peso calculada a base del peso total de los indicados componentes fijadores de la resina, llevando la citada pasta de estampa -  
15 ción como componente parcial una emulsión extendedora aclaradora, siendo el contenido no volátil de esta emulsión extendedora aclaradora del orden desde unos 3,5% en peso hasta unos 11% en peso calculado a base del peso total de dicha emulsión extendedora.

20 5.- Mejoras, caracterizadas por una emulsión extendedora aclaradora de aceite en agua, adecuada como componente parcial de pastas estampadoras que producen estampaciones textiles con resistencia mejorada al lavado abrasivo, en la cual emulsión el contenido total no volátil varía des -  
25 de unos 3,5% en peso hasta unos 11% en peso calculado a base del peso total de la emulsión extendedora aclaradora, comprendiendo dicha emulsión como componente fijador de la resina una resina de éster de ácido graso, un elastómero y



una resina de aminoaldehído termosolidificante que es soluble en disolventes orgánicos, hallándose presente la citada resina de aminoaldehído en la proporción porcentual desde unos 18% en peso hasta unos 35% en peso calculado a base del peso total del componente fijador resínico de la citada emulsión.

6.- Mejoras, según lo reivindicado en el punto 5, caracterizadas porque en la emulsión el contenido de resina estérica es desde unos 0,60% en peso hasta unos 3,55% en peso, en la que el contenido de elastómero es desde 1,25% en peso hasta unos 6,3% en peso y en la que el contenido de resina amino-aldehídica es desde unos 0,70% en peso hasta unos 3,45% en peso, calculándose todos los porcentos a base del peso total de la citada emulsión extendedora aclaradora.

7.- Mejoras, según lo reivindicado en el punto 5, caracterizadas porque en la emulsión en cada 100 partes en peso del contenido no volátil de fijador de resina, el contenido de resina estérica varía desde unas 17 partes en peso hasta unas 37 partes en peso, el contenido de elastómero varía desde unas 37 partes en peso hasta unas 57 partes en peso y la resina amino-aldehídica soluble en disolvente orgánico varía desde unas 20 partes en peso hasta unas 31 partes en peso.

8.- Mejoras según lo reivindicado en el punto 1, caracterizadas porque la pasta comprende una emulsión extendedora aclaradora, en la que por cada 100 partes en peso de contenido no volátil de fijador resínico, el contenido de resina estérica varía desde unas 17 partes en peso hasta unas 37 partes en peso, el contenido de elastómero varía desde unas 37 partes en peso hasta unas 57 partes en peso y la resina aminoaldehídica so-



luble en disolvente orgánico varía desde unas 20 partes en peso hasta unas 31 partes en peso.

5 9.- Mejoras, caracterizadas porque la pasta lleva como componentes fijadores de la resina una resina de éster de ácido graso, un elastómero y una resina de aminoaldehído termosolidificante que es soluble en disolvente orgánico, hallándose presente la citada resina de aminoaldehído en la proporción porcentual desde unos 18% a unos 35% en peso calculado a base del peso total de los citados componentes fijadores de la resina, los  
10 sólidos totales fijadores de la resina en la pasta de estampación, en tanto que el contenido del componente concentrado de color pigmentario de la pasta de estampación es de unos 20% en peso, variando desde unos 7,5% en peso hasta unos 15% en peso, en tanto que el contenido de componente concentrado de color pigmentario de la pasta de estampación es de unos 2% en peso de los  
15 citados fijadores de la resina, y varía desde unos 3,5% en peso hasta unos 11% en peso y mientras que el contenido de componente concentrado de color pigmentario de la pasta de estampación es próximamente de 1% en peso de dichos sólidos fijadores de la  
20 resina, variando desde unos 3,5% en peso hasta unos 11% en peso.

25 10.- Mejoras, según lo reivindicado en el punto 1, caracterizadas porque en la pasta se encuentra presente un pigmento inorgánico y por cada parte en peso de pigmento el contenido no volátil de fijador de la pasta de estampación contiene por lo menos aproximadamente una parte en peso de fijador resínico no volátil.

11.- Mejoras, según lo reivindicado en el punto 1, caracterizadas porque en la pasta se halla presente un pigmento or



gánico y por cada parte en peso de pigmento el contenido no volátil de fijador de la pasta de estampación contiene por lo menos aproximadamente dos partes en peso de fijador no volátil de la resina.

5 12.- Mejoras según lo reivindicado en el punto 1, caracterizadas porque la pasta comprende un catalizador agregado en la proporción de próximamente 0,1% en peso hasta unos 2% en peso, calculándose los porcentos a base del peso total de la pasta de estampación.

10 13.- Mejoras según lo reivindicado en el punto 1, caracterizadas porque la pasta comprende un catalizador alargado en la proporción de próximamente 0,1% en peso hasta unos 2% en peso, calculándose los porcentos a base del peso total de la pasta de estampación y siendo el catalizador agregado un miembro de la clase constituida por tartrato amónico, glicolato amónico, lactato amónico, benzoato amónico, formiato amónico, sulfato amónico, nitrato amónico y fosfato amónico, llevando dicha pasta amoniaco y teniendo un pH mayor de 7.

15 14.- Mejoras, según lo reivindicado en el punto 1, caracterizadas porque la pasta comprende un agente superficialmente activo que es una sal amónica de un derivado orgánico de ácido sulfúrico, siendo dicho agente superficialmente activo un miembro de la clase constituida por sulfatos alquílicos, sulfonatos arílicos, sulfonatos y sulfatos alquil-arílicos y sus derivados, descomponiéndose dicho agente superficialmente activo a elevadas temperaturas y actuando el producto no volátil de descomposición como catalizador para la reacción termosolidificante de la resina amino-aldehídica.

20

25



6  
15.- Mejoras según lo reivindicado en el punto 1, caracterizadas porque la pasta comprende un agente superficialmente activo que es una sal amónica de un derivado orgánico de ácido sulfúrico, siendo dicho agente de actividad superficial un sulfato de alcohol graso y descomponiéndose dicho agente superficialmente activo a temperaturas elevadas y actuando el producto no volátil de la descomposición como catalizador para la reacción termosolidificante de la resina amino-aldehídica.

10  
15  
16.- Mejoras, según lo reivindicado en el punto 1, caracterizadas porque la pasta comprende un agente superficialmente activo que es una sal amónica de un derivado orgánico de ácido sulfúrico, siendo dicho agente superficialmente activo un sulfato de alcohol graso que es un miembro de la clase constituida por sulfato de alcohol laurílico, sulfato de alcohol oleílico y sulfato de alcohol cetílico, descomponiéndose dicho agente superficialmente activo a temperaturas elevadas y actuando el producto no volátil de la descomposición como catalizador para la reacción termosolidificante de la resina amino-aldehídica.

20  
25  
17.- Mejoras, según lo reivindicado en el punto 1, caracterizadas porque la pasta comprende una pequeña cantidad de resina amino-aldehídica soluble en agua, la cual se encuentra presente en la pasta de estampación en la proporción desde próximamente 0,2 partes en peso hasta próximamente 1 parte en peso de resina amino-aldehídica no volátil soluble en agua por cada parte en peso de pigmento presente en la pasta de estampación.

18.- Mejoras, según lo reivindicado en el punto 1, caracterizadas porque la pasta comprende una pequeña cantidad de



resina amino-aldehídica soluble en agua la cual se encuentra presente en la pasta de estampación en la proporción desde próximamente 0,2 partes en peso hasta próximamente 0,6 partes en peso de resina aminoaldehídica no volátil soluble en agua por cada parte en peso de pigmento presente en la pasta de estampación.

19.- Mejoras, según lo reivindicado en el punto 1, caracterizadas porque la pasta comprende una pequeña cantidad de resina amino-aldehídica soluble en agua, la cual se encuentra presente en la pasta de estampación en la proporción desde unas 3 partes en peso hasta unas 12 partes en peso de resina amino-aldehídica no volátil soluble en agua por cada 100 partes en peso de componente concentrado pigmentado de color de la pasta de estampación.

20.- Mejoras, según lo reivindicado en el punto 1, caracterizadas porque la pasta comprende una pequeña cantidad de resina amino-aldehídica soluble en agua, que se encuentra presente en la pasta de estampación en la proporción desde unas 3 partes en peso hasta unas 12 partes en peso de resina amino-aldehídica no volátil soluble en agua por cada 100 partes en peso de componente concentrado pigmentado de color de la pasta de estampación, siendo la indicada resina amino-aldehídica soluble en agua un miembro de la clase constituida por una trimetilol-melamina y una hexametilol-melamina, sus productos de sustitución, y sus polímeros.

21.- Mejoras en la obtención de pastas de estampación pigmentadas de emulsión de aceite en agua adecuadas para la estampación de artículos textiles con resistencia mejorada al lavado abrasivo.

226477

- 62 -



Según se describe y reivindica en la presente memoria  
descriptiva.

Consta esta memoria de sesenta y dos hojas foliadas y  
escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 2 FEB. 1955

WILLERMO ROEL