



PATENTE DE INVENCION

Le A 5171-3p.

254474

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la estampación de materiales de fibras".

=====

Solicitante: **FABRIK FÜR ANILINEN-UND FARBSTOFFE BAYER AKTIENGESELLSCHAFT**, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

=====

La invención se refiere a un procedimiento para la estampación de materiales de fibras, tales como textiles, papel, etc. con emulsiones de agua-en-aceite mineral pigmentadas, provistas de aglutinante.

5. Para producir sobre tejidos de textil estampa-

254474



- ciones de color ya se emplean desde hace tiempo emulsiones de agua-en-hidrocarburo, que contienen pigmento y aglutinante, (a continuación llamadas emulsiones W/O). Las emulsiones W/O conocidas muestran fundamentalmente como fase exterior un líquido no acuoso, insoluble en agua, orgánico y volátil que contiene el pigmento dispersado y la combinación del aglutinante -éste último en solución (vease Pat. alemana 913.166). Simultáneamente puede presentarse otra fase de líquidos orgánicos que contiene un agente emulsionador adecuado para la producción de emulsiones W/O y en la cual está emulsionada el agua. Por lo general, las dos fases orgánicas no son estables una al lado de la otra y se reúnen, siempre que la emulsión durante el proceso de estampación o bajo un agitador rápido se agite bien, a una fase no acuosa que contenga pigmento y aglutinante, y que como fase interior contenga agua (vease Pat. alemana 909205). Para mejorar la insuficiente solidez al frote de los estampados producidos con estas pastas de estampación, especialmente en las tonalidades subidas, pueden contener, la fase aceitosa o la fase acuosa, partes de un latex sintético (vease patente USA 2.383.937 y patente alemana 887.637).
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- La combinación de aglutinantes hidrófoba es solo limitadamente soluble en los hidrocarburos alifáticos que, debido a su compatibilidad fisiológica relativamente buena e inodoridad, tienen preferencia a los alcoholes y trementinas, ya que los componentes del aglutinante, por lo general, se componen de una mezcla de resinas de amina-aldehído endurecibles al calor, por ejemplo condensados de formaldehído-urea o formaldehído-melanina, con resinas
- 25.
- 30.

254474



- alquídicas modificadas; celulósas altamente etiladas o resinas de poliéster. Las celulósas altamente etiladas no sirven tanto para la producción de una película sólida al lavado y al frote, sino más bien para la obtención y estabilización de las emulsiones W/O. Implicado por la naturaleza de los aglutinantes contienen, por lo tanto, las pastas de estampación de pigmento W/O usuales, en la mayoría de los casos, cantidades relativamente grandes de hidrocarburos aromáticos y de trementina.
- 5.
10. Las estampaciones de pigmentos que se producen empleando estas pastas de estampación se han de fijar a temperaturas por encima de 130° para lograr solidez óptimas al frote y al lavado. Sin embargo, en sus propiedades de solidez al restregado y frote, estas estampaciones aún resultan inferiores a aquellas estampaciones de pigmentos que se pueden obtener con el empleo de emulsiones de aceite mineral-en-agua (a continuación llamadas emulsiones O/W). La superioridad de las solidez que se logran con pastas de estampación de pigmentos O/W está fundamentada en que resulta posible una selección considerablemente mayor entre los aglutinantes de resina sintética solubles en agua o dispersables y se pueden emplear mayores cantidades de aglutinante.
- 15.
20. La obtención o empleo de las pastas de estampación de pigmento W/O, hasta ahora conocidas, en las cuales los aglutinantes, en su mayor parte, están disueltos en la fase orgánica exterior, obliga a corresponder a una serie de exigencias y circunstancias que se oponen entre sí. Así un aglutinante, que se encuentre en solución, del tipo de las resinas de formaldehído
- 25.
- 30.

2544746



- endurecibles produce ya desde un principio una película más dura que los productos de alta molecularidad elástica empleados como componente aglutinante en forma de latices sintéticos en pastas de estampación de pigmento O/W. En
5. las pastas de estampación de pigmento W/O la parte en peso de la fase exterior orgánica asciende a 25 - 30% con lo cual ésta solo tiene una capacidad limitada de aceptación para las resinas sintéticas. Si se intenta aumentar fuertemente la parte en peso de la fase exterior
10. y con ello la cantidad en aglutinante, entonces se endurece el apresto de la mercancía estampada, se reduce el rendimiento en color y se encarece tanto la fabricación de la pasta de estampación que los gastos más elevados no están en ninguna relación razonable con las mejoras
15. en las propiedades de solidez logradas en las estampaciones. Por otra parte, las combinaciones de resina alquídica no poseen, al emplearse en la estampación de pigmento textil, la adhesión y elasticidad como se encuentran en ciertos aglutinantes solubles en agua y
20. emulsiones de polimerizado (por ejemplo en el procedimiento de las patentes alemanas 903.133 y 936.328 y las publicaciones alemanas 1.045.973 y 1.011.850).
25. Con los procedimientos de estampación de pigmentos W/O, hasta ahora descritos, se está obligado a buscar en un margen muy estrecho una compensación entre las solidez al lavado y frote que se pueden lograr, el apresto de la mercancía estampada, el precio y la estabilidad de las pastas de estampación. Por el contrario, la parte en aglutinante en las pastas de
30. impresión de pigmento O/W, que en un 30 - 70% se componen

254474

26 Dic



- de una fase exterior acuosa, se puede variar en amplio margen según las propiedades de solidez descada y subida de color. El empleo de aglutinantes solubles en agua solo está limitado en relación con los costes y el apresto de los textiles estampados. Los latices empleados además como aglutinantes, cuyas materias sólidas se fijan en forma de trama y no coherentemente sobre el textil, se pueden emplear en cantidades mayores, ya que solo endurecen poco el apresto del tejido. Las pastas de estampación de pigmento W/O ofrecen sin embargo, con relación a las pastas de estampación O/W, dos importantes ventajas: sus excelentes propiedades de fluidez, especialmente en la estampación de Rouleaux (justificado por la fase exterior no acuosa), y su precio relativamente bajo, especialmente en las tonalidades de color bajas, ya que en las pastas de estampación de emulsión la fase interior emulsionada dentro es un componente esencial. La fase interior, que puede suponer hasta un 70% en peso, referido al peso total de la pasta de impresión, se compone de agua en las emulsiones W/O, en las emulsiones O/W, por el contrario, de hidrocarburos.
- Se ha encontrado ahora un sistema de pastas de estampación de pigmento estable a base de emulsiones W/O que une las solideces al restregado y frote logrables en los sistemas de emulsión O/W con las ventajas de aplicación y de precio de los sistemas de emulsión W/O hasta ahora conocidos. Este sistema de pastas de estampación contiene la fase exterior, que se compone de aceites minerales volátiles usuales en el mercado, además del agente de dispersión y emulsión, un pigmento dispersado,
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

254474



- mientras que la combinación de aglutinante, que se compone de (a) aglutinantes solubles en agua y (b) aglutinantes dispersados, está contenida exclusivamente en la fase acuosa interior. Este sistema da la posibilidad de emplear
5. aglutinantes tal y como se utilizan en el sistema de emulsión O/W y permite simultáneamente variar las cantidades de aglutinante según las condiciones de fijación y las propiedades de solidez según la clase y cantidad. La proporción en peso de los volúmenes de los pigmentos en relación con los aglutinantes puede ser de 1 : 0,1 hasta 1 : 100. Márgenes preferentes son, por ejemplo, 1:2 hasta 1:5. Las cifras de proporción varían según la clase de los pigmentos y aglutinantes empleados; los valores más favorables se pueden determinar fácilmente mediante ensayos previos.
- 10.
- 15.

- Los aglutinantes empleados en las pastas de estampación de pigmento han de ser insolubles en la fase de aceite mineral exterior. Para mantener la emulsión W/O no deberán mostrar, por encima de esto, ninguna propiedad digna de mención de emulsión y estabilización para emulsiones O/W. Los aglutinantes disueltos en agua como los dispersados en agua, que aumenten considerablemente la viscosidad de la fase acuosa, no resultan adecuados. Los látices resp. dispersiones de polimerizado mixto empleados como componentes de aglutinante dispersado deben contener, en la concentración empleada, solo aquella cantidad de agentes de dispersión que sea justamente necesaria para su estabilidad. Estas exigencias se han de considerar como naturales para la obtención de una emulsión W/O estable. Si en un sistema de emulsión W/O pigmentada el
- 20.
- 25.
- 30:

- 7 -
254474

26 D



- contenido de agente de emulsión O/W sobrepasa un valor límite, que está dado por la cantidad y eficacia del agente de emulsión W/O, entonces se presenta primeramente una transición del pigmento a la fase acuosa en la que se aglomera, con la consecuencia, de que el rendimiento en color se reduce a saltos y la emulsión se rompe o, con cantidades de agente emulsión O/W más elevadas, se transforma en una emulsión O/W que entonces, debido a su consistencia acuosa delgada, no sirva para la estampación.
- 5.
10. Como aglutinantes (a) solubles en agua son adecuadas las substancias que bajo condiciones de fijación adecuadas produzcan sobre los textiles una película resistente al lavado y frote y en la pasta de estampación no tengan efectos desventajosos sobre la estabilidad de las emulsiones W/O. Especialmente adecuados son, debido a fácil fijación, por ejemplo, las poliureas básicas en forma de sus sales solubles en agua con ácidos orgánicos volátiles, tal y como por ejemplo están descritos en la patente alemana 851.550, o las sales solubles en agua de productos de reacción, en caso dado estabilizados, de poliaminas con epibetalodirinas o de poliaminas con diclorodirinas y alcali o de poliaminas con ésteres del ácido cloroacético (véase Pat. alemana 731.030, DAS 1.006.155 y pat. USA 2.849.411). Además se pueden emplear también
- 15.
20. los conocidos productos de condensación solubles en agua de los compuestos amínicos y aldehídos, por ejemplo condensados de formaldehído-urca o formaldehído-melamina, en los cuales los grupos metilólicos están convenientemente esterificados. Además se pueden emplear los polimerizados
- 25.
30. solubles en agua con grupos reaccionables, por ejemplo

- 3 -

254474 26 00



- compuestos metilólicos del anida acrílica y metacrílica en las que los grupos metilólicos pueden estar esterificados o los polimerizados mixtos solubles en agua de los derivados del ácido acrílico con ésteres del ácido acrílico, estireol, nitrilo acrílico y éter vinílico. Estas últimas sustancias muestran por lo general una elevada autoviscosidad, de manera que solo se pueden emplear en cantidades limitadas. En su obtención se ha de interrumpir a tiempo la polimerización para mantener la viscosidad en límites aún aprovechables. Naturalmente se pueden emplear también las mezclas de tales aglutinantes o varios de estos aglutinantes en conjunto.
- 5.
- 10.

- La adición de latices sintéticos como componente aglutinante (b) dispersado trae consigo una ulterior mejora de sólidos al frote y lavado por restregado de los estandares de pigmento. Al emplear latices, cuyas materias sólidas lleven grupos auto-reticulables (vease la patente belga 539.963) y de esta manera posiblemente sean capaces de reaccionar, entre otros, con los grupos OH de la celulosa, puede reducirse considerablemente la parte de aglutinantes (a) solubles en agua. Además, tales latices se pueden emplear con grupos reaccionables, por ejemplo grupos carboxílicos que están capacitados para reaccionar bajo las condiciones de la fijación de la estancación de pigmento con los compuestos básicos solubles en agua antes mencionados o con los condensados de aldina-aldehído. Aquí el contenido en grupos reaccionables, por ejemplo los grupos carboxílicos, que a menudo tienen la propiedad de agentes de emulsión o de estabilización, no debe ser superior a aprox. un 10% del contenido de material sólido
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

254474



total en el latex, ya que sirvió se acerca la estabilidad de la emulsión W/O.

- Como componentes de polimerizado entran en consideración, además de los componentes que llevan los grupos reaccionables, los polimerizados y polimerizados mixtos, en sí ya conocidos, del éster del ácido acrílico y metacrílico, estireol, nitrilo acrílico, éster vinílico, cloruro vinílico, 1,1-dicloroetano y butadieno, así como sus productos de sustitución, debiéndose efectuar la selección de los componentes de polimerizado de manera que la película que se forme, según la finalidad de empleo intencionada sea preferentemente blanda, elástica, no termoplástica, así como sólida a la luz y al envejecimiento y por hidrocarburos clorados, que prácticamente no sea esponjada. Estas exigencias deberán cumplirse, a ser posible, en cada procedimiento de estampación de pigmento.

- Como agente de dispersión y emulsión para la dispersión de los pigmentos en aceite mineral y para la obtención de la emulsión W/O se pueden emplear, entre otros, ésteres que contienen grupos hidroxílicos de ácidos grasos más elevados, por ejemplo trioleato de sorbita, triestearato de manita, además colestestina, amida de ácidos grasos de cadena larga con aminas alquílicas de cadena larga y aminas que contienen grupos hidroxílicos, caucho ciclizado (vean por ejemplo patente británica 754.350) y, en casos individuales, jabones de metal así como mezclas de estas sustancias.

- Bajo la denominación "aceites minerales" se entienden en la solicitud expresamente bencinas pesadas



254474

(hidrocarburos alifáticos principalmente) que preferentemente hiervan entre los límites de 130-240°. El contenido de aromatos de estas aceites minerales es, por lo general, inferior a 1 - 3%. Naturalmente también se pueden emplear

5. clases de petróleo con mayor contenido de aromatos. El contenido de aromatos de las bencinas pesadas no es, sin embargo, necesario para la obtención y estabilidad de la emulsión a emplear según la presente invención, contrario a las emulsiones W/O hasta ahora usuales en el mercado,

10. tampoco como el empleo adicional de aromatos, por ejemplo xilol.

Las nuevas pastas de estampación se pueden emplear ventajosamente para la estampación de textiles, por ejemplo algodón, celulosa regenerada, seda de

15. acetato, fibras de poliamida, poliuretano, poliéster o nitrilo poliacrílico, lana y mezclas de estas clases de fibras, y para la impresión de papel.

EJEMPLO 1.

30 g del colorante de pigmento verde tetracloro-Cu-ftalocianina obtenido por exhaustiva cloración de cobreftalocianina se dispersan con

20. 4 g del producto de reacción de 0,7 mol. de amina estearílica, 0,4 mol. de amina trietanólica y 1 mol. de ácido oleico (agente de emulsión o dispersión) en

25. 36 g de petróleo (contenido de aromatos inferior a 1%, contenido de olefinas inferior a 1%, contenido de hidroaromatos inferior a 3%, margen de ebullición entre los límites 140-240°C), se diluye

30. con



254474

- 20 g de petróleo (de la composición de arriba), y se mezcla con
- 910 g de la emulsión descrita a continuación:
- Una mezcla de
5. 580 ml de agua,
- 40 g de una solución acuosa al 30 % (30 cp) del hidrocloruro del producto de reacción de 2 mol. de epíclorhidrina con 1 mol. de triamina dipropilénica
10. 100 g de una dispersión de polimerizado mixto al 40 % de 138 ml de agua,
- 4 g de la sal sódica del ácido alquilsulfónico con 15 átomos de C
- 8 g de éter poliglicólico del alcohol cetílico
- 30 g de acrilato butílico
15. 30 g de estireol,
- 30 g de butadieno
- 6 g de nitrilo acrílico
- 4 g de ácido metacrílico, y como aglutinante soluble en agua adicional
20. 30 g de una solución ácido acética acuosa al 20 % (100 cp) del producto de poliadición de 0,9 mol. de γ , γ' -diamino-propilo-metilamina, 0,1 mol. de triamina dietilénica 1 mol. de diisocianato hexametilénico se emulsiona en
25. 240 g de petróleo (de la composición arriba mencionada) y 10 g del producto de reacción de 0,7 mol de amina estearílica, 0,4 mol. de amina trietanólica y $\frac{1}{2}$ mol. de ácido oléico (como agente de dispersión o emulsión)
- 30.



254474

con un agitador de altas revoluciones (2500 - 3000 r.p.m.).

Se obtiene una pasta de estampación viscosa continuada que sobre algodón, celulosa, fibras de poliamida

5. y rayón de acetato produce una tonalidad verde clara, subida, de muy buena solidez al lavado hirviendo restregado y frote si el material estampado, después de la estampación y secado, se

10. a) almacena durante por lo menos 4 semanas, o
b) se trata durante 3 minutos en vapor a unos 100°C, o
c) durante 10 minutos con calor seco de 120°C, o
d) durante 2 minutos con calor seco a 150°C, o
e) en el baño de álcali (10 g de NaOH 36° Bé/litr. de unos 60°C durante 2 minutos.
- 15.

EJEMPLO 2.

En 10 g del producto de reacción de 0,7 mol. de amina estearílica, 0,4 mol. de amina trietanólica y 1 mol. de ácido oléico (agente de emulsión o dispersión), y

20.

50 g del petróleo empleado en el ejemplo 1, se dispersan 40 g del colorante azoico amarillo de 2 mol. de 2-amino-1-metilo-4-clorobenzol diazoado y 1 mol. de ácido diacetoacético-o-toliduro.

25. Entonces se diluye con 200 g. de petróleo. En esta dispersión se agita con un agitador de alta velocidad una mezcla de
570 ml de agua,
100 g de una dispersión de polimerizado mixto al 40 %,
30. obtenida de



254474

- 4 g de la sal sódica de un ácido C_{16} -alquilsulfónico
4 g de éter poliglicólico de alcohol cetílico,
142 ml de agua,
0,3 g de una mezcla de 0,2 g. persulfato potásico y
0,1 g de amina trietanólica
5. 10 g de estírol
15 g de éster butílico del ácido acrílico
45 g de butadieno
30 g de nitrilo acrílico
10. 4 g de éter metílico del amida metacrílica de metilol
30 g de una solución acuosa al 30 % (20 cp) del hidrocloreuro de un polímero básico de 0,3 mol. de bis-(3-aminopropilo)-metilamina y 1 mol. epiclorohidrina.
15. Se obtiene una emulsión viscosa que se estampa según los procedimientos usuales sobre algodón, rayón, tejido de poliamida, se seca al aire o a temperatura más elevada y produce una estampación amarilla subida, brillante que se puede fijar según uno de los métodos descritos en el ejemplo 1 bajo a)-e). La solidez al frote, lavado hirviendo y lavado por restregado es muy buena. El apresto de la mercancía estampada es sorprendentemente suave.
- EJEMPLO 3.
25. Una dispersión de
20 g de un colorante azo de 1-amino-2,4,5-tricloro-anilina diazosada y 2,3-ácido oxinaftoico-*o*-toluiduro en
50 g de petróleo se mezcla con
30. 930 g de una emulsión que se obtiene de la siguiente



Una mezcla de

254474

595 ml de agua

5 g de rodanuro amónico

30 g de solución acuosa al 50 % del producto de condensación de urea y formaldehído, que se ha estabilizado con 0,2 % de amina trietanólica,

5.

120 g de una dispersión de polimerizado mixto de
140 ml de agua

4 g de la sal sódica de un ácido C₁₅-alquil-sulfónico

10.

8 g de éter poliglicólico de alcohol oleílico,
0,3 g de una mezcla de 0,2 g de persulfato potásico y 0,1 g de amina trietanólica

50 g de éster butílico de ácido acrílico

15.

36 g de estirolo

4 g de éter metílico del anida metacrílica de metilol

se emulsiona en

244 g de petróleo y

20.

6 g de un caucho ciclizado.

Con esta pasta de estampación se obtienen, por los procedimientos usuales, sobre tejidos textiles de algodón, celulosa, rayón de acetato, y poliamida y lana tonalidades de escarlata claras, brillantes y subidas, que

25.

después del secado y fijación a 130°C. durante 10 minutos o a 150°C durante 4 minutos representan estampaciones de muy buena solidez al frote, lavado hirviendo y lavado por restregado con un apresto muy blando. Como la película

30.

lograda con esta combinación de aglutinante es excelentemente sólida a la luz no cede la solidez al lavado y al

254474



restregado de la estampación, tampoco después de una prolongada e intensa exposición al sol.

EJEMPLO 4.

- 15 g de cobre-ftalocianina se dispersan con
5. 1,5 g de un caucho ciclizado en presencia de fenol (como agente de dispersión) en
- 33,5 g de petróleo y se mezcla con
- 950 g de una emulsión que se obtiene de los siguientes componentes:
10. Una mezcla de
- 650 ml de agua,
- 5 g de cloruro amónico
- 15 g de éter hexametílico de la melamina hexametilólica (aglutinante soluble en agua)
15. 30 g de una dispersión al 40 % de polimerizado mixto de
- 138 ml de agua
- 4 g de la sal sódica de un ácido C₁₅-alquil-sulfónico
- 8 g de éter poliglicólico de alcohol cetílico
20. 0,3 g de una mezcla de 0,2 g de persulfato potásico y 0,1 g de amina trietanólica
- 66 g de acrilato butílico
- 30 g de nitrilo acrílico
- 4 g de éter metílico del amida metacrílica de
25. metilol
- se emulsiona en
- 242 g de petróleo y
- 8 g del producto de reacción de 0,4 mol, de amina trietanólica, 0,7 mol de amina estearílica y 1 mol de ácido oléico (agente de dispersión o emulsión).
- 30.

254474



Se forma una pasta de estampación viscosa que sobre textiles produce una tonalidad clara fuerte que, después de tratamiento en aire caliente a temperaturas por encima de 120°C, es sólida al lavado, hirviendo,

5. por pastoreado, y frote y no es atacada por los productos disolventes de la limpieza química. El filta obtenido con esta combinación de aglutinantes es excelentemente sólido a la luz.

EJEMPLO 5.

10. 250 g de la pasta de impresión descrita en el ejemplo 4 se mezclan con una emulsión de

735 ml de agua

5 g de cloruro amónico y

10 g de urea dimetilólica (como aglutinante soluble

15. en agua adicional) en

242 g de petróleo y

8 g del producto de reacción de 0,7 mol. de amina estearílica, 0,4 mol. de amina trietanólica y

1 mol de ácido oléico (como agente de emulsión).

20. Esta pasta de estampación produce sobre textiles una tonalidad azul brillante de mediana fuerza que, después de fijar a temperaturas por encima de 120°C, tiene las mismas propiedades de solidez como la estampación obtenida según el ejemplo 4.

25. EJEMPLO 6.

Una dispersión obtenida con

5 g de trioleato de sorbita de

35 g de hollín finamente repartido en

50 g de petróleo, se mezcla con un agitador rápido con

30. 890 g de una emulsión que se obtuvo de la siguiente manera:

254474



- 580 ml de agua se mezclan con
- 100 g de un latex sintético que se obtiene por emulsión de 70 g de 1,1-diclorooctano y 30 g de éster butílico del ácido α -cloroacrílico en 150 g de una solución acuosa al 3 % de sodio ácido parafinsulfónico, activación de la polimerización con 0,5 g de la sal sódica de los ácidos sulfínicos de parafinas de cadena larga y 2 g de ácido sulfúrico 1-n, polimerización a 20°C. en el plazo de 20 horas y finalmente estabilización del latex con 4 g de un éter poliglicólico de alcohol parafínico de cadena larga,
5. 20 g de una solución acuosa al 20 % (30 cp) del acetato de un polímero básico de 0,2 mol. de triamina dietilénica, 0,8 mol. de metilamina γ , γ' -diaminopropílica y 1,01 mol. de diisocianato de hexano, y como ulterior aglutinante soluble en agua
10. 50 g de una solución acuosa al 30 % (100 cp) del hidrocloruro de un producto de reacción de 0,32 mol. de metilamina γ , γ' -diaminopropílica y 1 mol. de epíclorohidrina o de 0,32 mol de metilamina γ , γ' -diaminopropílica, 1 mol de diclorohidrina y 1 mol de sosa cáustica, y se emulsiona en
15. 242 g de petróleo, y
20. 8 g de caucho ciclizado en presencia de fenol.
25. Se obtiene una pasta de estampación negra que en la estampación de Rouleaux produce una estampación negra intensa que muestra muy buena solidez al restregado, lavado por ebullición y al frote cuando la fijación se efectúa según uno de los métodos descritos en el ejemplo
30. 1 bajo a) - e).

254474

260



EJEMPLO 7.

Si se mezcla la pasta de impresión descrita en el ejemplo 5, en proporción 1 : 1, con la emulsión descrita en el ejemplo 5, entonces se obtiene en la estampación por plantilla asimismo una estampación negra intensa que se puede fijar según las posibilidades descritas en el ejemplo 1 y presenta casi las mismas solideces como las de la estampación según el ejemplo 6.

EJEMPLO 8.

- 10. Una dispersión de
 - 20 g del colorante azo rojo de 2-amino-1-metoxibenzol-4-sulfo-dietiloamida diácida y 1-(2',3'-oxinaftoilenin)-2,4-dinitro-5-clorobenzol en
 - 70 g de petróleo, se agita con un agitador rápido en
- 15. 900 g de una emulsión que se compone de los siguientes componentes:

Fase interior:

 - 605 ml de agua
 - 60 g de polimerizado mixto soluble en agua, al 10 % (30 cp) de partes iguales de amida metacrílica y éter metílico del amida metilacrílica,
 - 60 g del latex sintético descrito en el ejemplo 3
 - 20 g de un producto de reacción soluble en agua al 50 % de diamida diclávica y formaldehído (30 cp),
 - 5 g de nitrato amónico.

Fase exterior:

 - 242 g de petróleo
 - 8 g de un producto de reacción de amina estearílica, amina trietenólica y ácido oleico.
- 20. Se obtiene una pasta viscosa que, sobre textiles,



254474

producir una tonalidad roja clara, tirando a azul que después de fijar 14023 durante 5 minutos se da muy buena solidez al lavado hirviendo, restregado y al frote y se caracterizará por un agotamiento apreciable.

5. Ejemplo 9.

La dispersión de pigmento mencionada en el ejemplo 6 se mezcla con una emulsión de 550 ml de agua 900 g de una solución al 20 % (20 cp) del clorohidrato

- 10. de un polímero básico obtenido de
 - 1 mol de trietanol dimetilamino,
 - 1,55 mol de epíclorohidrina,
 - 0,55 mol de éster etílico del ácido oleoico en 240 g de petróleo y

- 15. 15 g del producto de reacción de ácido oleico, unina esteárica y unina tricristalica, y por el procedimiento de hincograbado se aplica sobre papel, con lo que se obtiene una impresión negra intensa, de marca exacta, que es muy sólida al frote y al lavado.

Ejemplo 10.

La dispersión de pigmento mencionada en el ejemplo 3 se mezcla con una emulsión que como fase interior contiene

- 25. 150 g de una dispersión de polimerizado almidón acuoso al
 - 40% de
 - 10 g de butadieno
 - 25 g de estireno
 - 50 g de éster butílico del ácido acrílico
- 30. 5 g de unina metacrilico de metilol,

254474



- 10 g de éter tetraetilico del mismo tetraetilico
- 5 g de hidrocloruro de amina dietilica
- 505 ml de agua, y la fase exterior
- 242 g de potasio como descrito en el ejemplo 1, y
- 5. 6 g del producto de reacción de ácido oleico, amina estearilica y amina trietanilica.

Después de la estampación, secado y fijado a 130°C durante 10 minutos se obtiene una estampación de pigmento que se caracteriza por la claridad y brillantez del tono, apresto suave de la mercancía estampada y muy buena solidez al restregado, lavado lavando y frote.

N O T A

Descrito suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteran su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud presentada en Alemania con fecha 27 de diciembre de 1953, nº P 27355 I/c/3a, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los convenios internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de invención por 20 años en España: "Procedimiento para la estampación de materiales de fibras"; caracterizándose por lo siguiente:

1º.- Procedimiento para la estampación de materiales de fibras, con emulsiones de agua-en-aceite mineral, que contienen aglutinante y pigmento, caracterizado porque tales pastas de estampación de emulsión se aplican sobre el material fibroso, que en la fase de



254474

5. aceite mineral volátil exterior contiene un pigmento dispersable y en la fase acuosa interior (a) por lo menos un aglutinante soluble en agua y (b) un aglutinante dispersado, y porque la película formada de esta manera sobre el material fibroso, se reticula en caso de ser aplicado a temperatura más elevada.

10. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se emplean aquellas pastas de estampación que en la fase acuosa interior contienen una mezcla de varios aglutinantes solubles en agua.

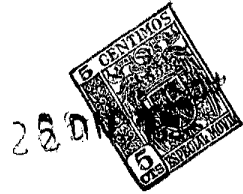
15. 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se emplean aquellas pastas de estampación que en la fase acuosa interior, como formadores de película solubles en agua, contienen sales de poliaminas básicas y los productos de reacción de poliaminas y epihalohidrínicas o diclorohidrínicas o éster del ácido cloroacético y de compuestos metilólicos de la urea, diamida diciclica o melamina o sus derivados o éter silílicos de tales compuestos metilólicos.

20. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el aglutinante dispersado se compone de una dispersión de polimerizado mixto.

25. 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 - 4, caracterizado porque en la fase acuosa interior se emplean emulsiones de polimerizado mixto con grupos reaccionables, preferentemente con grupos carboxílicos o metilólicos.

30. 6ª.- Procedimiento, según reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la fase de aceite mineral volátil exterior contiene un pigmento dispersable

254474



y en la fase acuosa interior (a) por lo menos un aglutinante soluble en agua y (b) un aglutinante dispersado.

5. 7ª.- Procedimiento según reivindicación 5, caracterizado porque contiene en la fase acuosa interior, una mezcla de varios aglutinantes solubles en agua.

10. 8ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 5 y 7, caracterizado porque contiene en la fase acuosa interior, como formador de película soluble en agua, sales de poliureas básicas y de los productos de reacción de poliaminas y epihalohidrinas o diclorohidripas o éster del ácido cloroacético y de compuestos metilólicos de la urea, diácido dicicánico o melamina o de sus derivados o éter alquílico de tales compuestos metilólicos.

15. 9ª.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el agente aglutinante dispersado se compone de una dispersión de polimerizado mixto.

20. 10ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 6 - 9, caracterizado porque contiene en la fase acuosa interior, una emulsión de polimerizado mixto con grupos reaccionables, preferentemente con grupos carboxílicos o metilólicos.

25. 11ª.- Procedimiento para la estampación de materiales de fibras; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria que consta de veintidos hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

26 DIC. 1959

FABRIK FÜR KUNSTSTOFFE AG. LEHRTE

J. GÓMEZ ACEBO Y MOJER
S. P.