

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO	(10) A1
	(21) 442.284	
	(22) FECHA DE PRESENTACION	
	3.11.75	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
14732/74	4 de Noviembre de 1974	SUIZA
14733/74	4 de Noviembre de 1974	SUIZA

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09D	

(64) TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE PREPARACIONES DE PASTAS DE ESTAMPACION

(71) SOLICITANTE (S)
SANDOZ A.G., entidad suiza

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Basilea, Suiza

(72) INVENTOR (ES)
Karl Taubert

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE
D. JAIME GOMEZ-ACEBO Y MODET.

PATENTE DE INVENCION

Case 150-3674
3700/RA/HP.

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE PREPARACIONES DE PASTAS DE ESTAMPACION.

Solicitante: SANDOZ A.G., entidad suiza, residente en Basilea, Suiza.

La presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de preparaciones de pastas de estampación, útiles en la estampación por transferencia.

442284

La presente invención se refiere en particular a una pasta de estampación destinada a la estampación por transferencia, caracterizada porque contiene un colorante o un agente de acabado sublimables a una temperatura comprendida entre 180 y 220°C, un disolvente orgánico y un ligante que consta de polivinilbutiraldehído, de acetato de polivinilo y de alcohol polivinílico en una relación en peso de 69 a 84 : 1 a 2 : 12 a 27, la relación en peso entre el colorante o el agente de acabado y el ligante siendo de 1:0,5 a 1:10, la cantidad de ligante siendo del 5 al 15%, calculado sobre el peso total de la pasta, y la viscosidad del ligante, medida a 20°C en solución metanólica al 6%, siendo de 2 a 200 cp.

Los colorantes o agentes de acabado particularmente apropiados para las pastas de estampación de la invención son los colorantes de dispersión y los blanqueadores ópticos. Los colorantes de dispersión preferidos son los que presentan una curva de sublimación uniforme entre 180°y 220°C. Se trata, por ejemplo, de colorantes antraquinónicos, tales como los colorantes hidroxiantraquinónicos o aminoantraquinónicos, de colorantes azoicos, azometínicos o estilbénicos, de derivados de la quinoftalona o de nitrodianilaminas. Los colorantes de dispersión más adecuados son los que tienen un punto de fusión superior a 140°C. Están descritos, por ejemplo, en el Journal of the Society of Dyers and Colorists 70, páginas 69-71 (1954) y 74, página 389 (1958). Particularmente preferidos son los colorantes de dispersión cuyo peso molecular es inferior a 1000 y que presentan buenas solídeces a la migración a temperaturas inferiores a 120°C.

El citado tipo de colorantes de dispersión es conocido en la técnica de estampación por transferencia. Pueden utilizarse en forma de pigmentos, o sea exentos de cualquier agente de dispersión, o bien en formas comerciales habituales, o sea conteniendo agentes de dispersión.

5 Los ligantes a base de polivinilbutiraldehído contenidos en las pastas de estampación de la invención están descritos en la literatura. Figuran en Encyclopaedia of Polymer Science and Technology 14, 208-239 (1971) y en las informaciones técnicas de la Firma Farbwerke Hoechst acerca de Mowital (nº 7111) y de la Firma Wacker acerca de Pioloform (nº 2 188 707). Dichos ligantes pueden prepararse por
10 reacción del butiraldehído con alcoholes polivinílicos que, por su parte, pueden obtenerse por saponificación de acetatos de polivinilo. El grado de polimerización del polivinilbutiraldehído está comprendido generalmente entre 20 y 70; influye poco en el rendimiento de la
15 transferencia.

Los ligantes empleados en las pastas de estampación de la invención son productos de comercio usualmente utilizados en la estampación por transferencia. De interés particular son dos productos comerciales de las respectivas composiciones:

- 20 a) polivinilbutiraldehído 81 a 84 %
 acetato de polivinilo 1 a 2 %
 alcohol polivinílico 12 a 16 %
 agua hasta un 2 %
- y b) polivinilbutiraldehído 69 a 71 %
25 acetato de polivinilo 1 a 2 %
 alcohol polivinílico 24 a 27 %
 agua hasta un 3 %

La viscosidad del ligante, medida a 20°C en solución metanólica al 6%, es preferentemente entre 50 y 150 cp. Con tal que se encuentre dentro de este orden, la viscosidad del ligante no es particularmente crítica con respecto a la cantidad de agente de acabado o de colorante ultimamente transferida en el proceso de estampación por transferencia. Sin embargo, los ligantes más viscosos confieren al colorante o al agente de acabado una transferencia ligeramente más elevada y es por esta razón que se les da la preferencia así como también por el hecho de que los productos más viscosos penetran menos en los soportes intermediarios absorbentes.

En las pastas de estampación preparadas de acuerdo con la invención, la relación entre el colorante o el agente de acabado y el ligante es, de preferencia, de 1:1 a 1:4. La cantidad de ligante en las pastas es, de preferencia, del 7 al 13%, calculado sobre el total de la pasta.

A las concentraciones de ligante indicadas, la viscosidad de las pastas de estampación, determinada con ayuda del viscosímetro de Ford nº 4 a 20°C, corresponde generalmente a un tiempo de efluvi- de 35 a 45 segundos. En caso dado, se puede ajustar la viscosidad de la pasta de estampación a su valor óptimo por simple adición de disolvente, el valor óptimo de la viscosidad siendo función de la velocidad de estampación.

Los disolventes orgánicos utilizados para la pasta de estampación de la invención son conocidos en la técnica de la estampación por transferencia. Se trata de disolventes normalmente utili-

zados en las tintas de impresión a base de ésteres o de éteres celulósicos. Los disolventes preferidos son los alcoholes inferiores, tales como el isopropanol o el etanol, los éteres glicólicos inferiores, por ejemplo los de fórmula $\text{HO}-(\text{CH}_2)_n-\text{O}-(\text{CH}_2)_m-\text{CH}_3$, en los que n significa 2 ó 3 y m es cero, 1, 2 o 3, preferentemente 1, así como las mezclas de tales disolventes. Si se deseara, pueden utilizarse los ésteres o las cetonas inferiores como co-disolventes.

Cuando las pastas de estampación han de aplicarse a un soporte provisional por flexografía, conviene utilizar, como disolventes, etanol o propanol, en asociación con éter glicólico $\text{HO}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}_2\text{H}_5$, con el fin de proteger los bloques de caucho. Si se opera por huecogrado, conviene utilizar, como co-disolventes, acetato de metilo, acetato de etilo o acetona, con el fin de acelerar el secado. Si se opera por serigrafía, conviene utilizar, como disolventes, los éteres glicólicos que se evaporan con mayor lentitud, en asociación con, p.ej., butanol o uno o más ésteres de elevado punto de ebullición.

En adición al colorante o agente de acabado, al ligante y al disolvente orgánico, las pastas de estampación preparadas de acuerdo con la invención pueden contener asimismo productos auxiliares. Se trata, por ejemplo, de ácidos silícicos, en particular de ácidos silícicos altamente dispersos, tales como los obtenidos por hidrólisis del tetracloruro de silicio en una llama de oxihidrógeno. Dichos ácidos silícicos están descritos en la literatura, por ejemplo en las informaciones técnicas de la Firma Degussa "Aerosil para barnices y pinturas", "Productos Degussa para la industria gráfica", Aerosil,

principios y aplicaciones básicas", partes I y III, "Aerosil R972 para tintas de impresión Offset" y "Ácidos silícicos sintéticos para tintas de impresión", y son comercializados bajo las denominaciones Aerosil 130 V, Aerosil R972 y Aerosil 300. Como otros productos auxiliares pueden citarse los agentes de dispersión o de humectación catiónicos y/o amfolíticos, solubles en el disolvente orgánico utilizado, como por ejemplo los ácidos β -(aceite de coco)amino-butíricos, tales como los comercializados bajo la denominación Armeen Z, los ácidos grasos de la imidazolina, tales como los comercializados bajo las denominaciones Steinamin IM-OA y Steinamin IM-CA, o los productos de reacción de aminas alifáticas superiores con el óxido de etileno, el óxido de propileno o sus mezclas y que contienen, como mínimo, 4 moles de óxido de alquileo por mol de amina.

La presencia en las pastas de estampación de los productos auxiliares mencionados anteriormente mejora las propiedades generales de dichas pastas. Disminuye, por ejemplo, el tiempo de dispersión durante su preparación, reduce la sedimentación durante el almacenaje y permite una estampación uniforme de considerables superficies sin que se produzca ningún efecto de perlado.

La cantidad total de ácidos silícicos y de agentes de dispersión o de humectación catiónicos o amfolíticos contenida en las pastas de estampación es, de preferencia, del 0,1 al 2%, calculado sobre el peso total de la pasta. Si en la misma pasta se hallan presentes un agente catiónico y ácidos silícicos, la relación entre los dos es preferentemente de 1:9 a 9:1, en particular de 1:3 a 3:1.

Las pastas de estampación de la invención pueden prepararse por métodos habituales, por ejemplo por mezclado de los constituyentes y homogeneización de la mezcla en un amasador provisto de rodillos, o en molinos de arena o de bolas, con el fin de conseguir una dispersión homogénea.

La invención se refiere asimismo a la aplicación de las pastas de estampación así obtenidas para la estampación por transferencia de materias textiles. Dichas pastas pueden utilizarse según métodos conocidos en la técnica de la estampación por transferencia. De modo general, se puede operar de manera siguiente:

Se estampa con ayuda de dichas pastas un soporte intermedio que consta de papel o de aluminio, luego se seca la superficie del soporte estampado, o sea se evapora el disolvente. A continuación se pone el soporte en íntimo contacto con el sustrato a estampar y se somete el estampado a una temperatura determinada a la cual el colorante o el agente de acabado se sublima y pasa del soporte al sustrato. Se trabaja ventajosamente a una temperatura comprendida entre 150 y 250°C, de preferencia entre 210 y 230°C, en caso dado bajo presión reducida. Este procedimiento se aplica preferentemente a la estampación de fibras de poliamidas, de celulosa y de poliacrilonitrilo, y en particular a fibras de poliésteres.

La utilización de las pastas de estampación de la invención proporciona excelentes rendimientos de transferencia. Se puede, si se deseara, revestir el soporte intermedio antes de la aplicación de la pasta y/o revestir el estampado en el soporte con una

pasta idéntica pero que no contiene ni colorante ni agente de acabado. El revestimiento del soporte intermediario permite disminuir la absorción del estampado por el soporte, y el revestimiento del estampado sobre el soporte permite proteger el estampado durante el transporte y el almacenaje.

Los Ejemplos siguientes tienen el objeto de ilustrar la invención más detalladamente.

EJEMPLO 1

En un molino de arena, se prepara una pasta de estampación a partir de los siguientes ingredientes:

2,03 partes en peso colorante C.I. Disperse Red 60
en forma de pigmento

0,36 partes en peso Aerosil 130 V
(ácido silícico altamente disperso)

0,36 partes en peso Armeen Z (ácido β -(aceite de coco)-amino-butírico)

7,29 partes en peso de polivinilbutiraldehído
(de la composición siguiente:

69 a 71 % de polivinilbutiraldehído

1 % de acetato de polivinilo

24 a 27 % de alcohol polivinílico,

agua hasta un 3%)

(denominación comercial: Mowital B 60T)

13,72 partes en peso de éter glicólico $C_2H_5OC_2H_4OH$

76,24 partes en peso de etanol

100,00 partes en peso

El tiempo de efluviio de esta pasta de estampación, determinado con ayuda del viscosímetro de Ford nº 4, es de 35 a 45 segundos, y la relación entre el pigmento y el ligante es de 1 : 3,6.

5 Se aplica la citada pasta de estampación por huecograbado a un papel couché que pesa 60 g/m². Después de secar los estampados así obtenidos, se aplica el papel, a 210° por espacio de 30 segundos, sobre un tejido de poliéster (Dacron 54) mediante una prensa de estampación por transferencia totalmente automática (Firma Bemrose)..

10 La medición de la intensidad de colores así obtenidos corrobora el excelente rendimiento de transferencia conseguido.

Si, en lugar del pigmento C.I. Disperse Red 60 empleado más arriba, se utiliza el colorante C.I. Disperse Blue 58 en forma de pigmento, se obtiene asimismo un excelente rendimiento tintóreo.

15 EJEMPLO 2

Procediendo de manera análoga a la descrita en el Ejemplo 1, se prepara una pasta de estampación que contiene:

3,52 partes en peso de colorante C.I. Disperse Red 60
en forma de pigmento

20 0,36 partes en peso de Aerosil 130 V,

0,36 partes en peso de Armeen Z,

12,64 partes en peso de polivinilbutiraldehído
(de la composición siguiente:

82 % de polivinilbutiraldehído
1 a 2% de acetato de polivinilo

25 16 % de alcohol polivinílico y hasta 1 % de agua,
comercializado bajo la denominación Pioloform BL 16)

12,64 partes en peso de éter glicólico $C_2H_5OC_2H_4OH$
70,48 partes en peso de etanol

100,00 partes en peso

5 El tiempo de efluvió de esta pasta de estampación en el viscosímetro de Ford nº 4 es de 35 a 45 segundos y la relación entre el pigmento y el ligante es de 1 : 3,6.

Se aplica la pasta tal como se describe en el Ejemplo 1. El rendimiento tintóreo es excelente.

10 Si, en lugar del colorante C.I. Disperse Red 60 en forma de pigmento, se utiliza el colorante Disperse Blue 58 en forma de pigmento, se obtienen asimismo buenos rendimientos tintóreos.

EJEMPLO 3

15 Procediendo tal como se describe en el Ejemplo 1, se prepara para una pasta de estampación que contiene los siguientes ingredientes:

3,09 partes en peso de colorante C.I. Disperse Red 60
en forma de pigmento,
0,36 partes en peso de Armeen Z,
0,36 partes en peso de Aerosil 130 V,
20 11,06 partes en peso de polivinilbutiraldehído
(composición:
77 a 80 % de polivinilbutiraldehído
1 a 2 % de acetato de polivinilo,
18 % de alcohol polivinílico
25 y hasta un 4 % de agua,
comercializado bajo la denominación Pioloform BM 18)
12,99 partes en peso de éter glicólico $C_2H_5OC_2H_4OH$
72,14 partes en peso de etanol

30 100,00 partes en peso

El tiempo de afluvio de esta pasta de estampación en el viscosímetro de Ford nº 4 es de 35 a 45 segundos y la relación entre el pigmento y el ligante es de 1 : 3,6.

Se aplica esta pasta tal como se describe en el Ejemplo

5. 1. El rendimiento tintóreo es excelente.

Si, en lugar del colorante C.I. Disperse Red 60 en forma de pigmento, se utiliza el colorante Disperse Blue 58 en forma de pigmento, se obtiene igualmente un buen rendimiento de transparencia.

N O T A

10. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a dos solicitudes
15. de patente presentadas en Suiza con los nos. y fechas siguientes: 14732/74 de 4 de noviembre de 1.974 y 14733/74 de 4 de noviembre de 1.974; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por
20. 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE PREPARACIONES DE PASTAS DE ESTAMPACION; caracterizándose por lo siguiente:
- 1.- Procedimiento de obtención de preparaciones de pastas de estampación, destinada a la estampación por transferencia, caracterizado porque comprende mezclar un colorante o un agente de acabado
25. sublimables a una temperatura comprendida entre 180 y 220°C, un disol

5. vente orgánico y un ligante que consta de polivinilbutiraldehído, de acetato de polivinilo y de alcohol polivinílico en una relación en peso de 69 a 84 : 1 a 2 : 12 a 27, siendo la relación en peso entre el colorante o el agente de acabado y el ligante de 1 : 0,5 a 1 : 10, siendo la cantidad de ligante del 5 al 15%, calculado sobre el peso total de la pasta, y siendo la viscosidad del ligante, medida a 20°C en solución metanólica al 6%, de 2 a 200 cp.

10. 2.- Procedimiento de obtención de preparaciones de pastas de estampación, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

. Esta Memoria consta de 12 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 28 MAR. 1977

SANDOZ A.G.

L. GÓMEZ ACEBO Y MAJER
por el Director de Gestión y Administración