



ESPAÑA

19	ES	11	NUMERO	10	A1
		21	471520		
		22	FECHA DE PRESENTACION		

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31) NUMERO				
	8240/77		5.7.77		SUIZA

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	63	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			D06M // D06P		

54	TITULO DE LA INVENCION
	PROCEDIMIENTO PARA EL ACABADO DE TEXTILES

71	SOLICITANTE (ES)
	SANDOZ, AG.

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	Basilea, Suiza,

72	INVENTOR (ES)
	Brian Acton. Bruno Kissling., Tibor Robinson., Milica Urosevic.

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.

La presente invención se refiere a un procedimiento para el tratamiento de substratos textiles que se constituyen totalmente de fibras celulósicas o de mezclas de fibras celulósicas/fibras sintéticas, en particular el poliéster.

La presente invención se refiere en particular a un procedimiento para el acabado de textiles, caracterizado porque se trata el substrato que contiene fibras celulósicas con un medio acuoso que se compone de:

- A un precondensado monómero, hidrosoluble, susceptible de formar una resina, y que contiene uno o varios derivados N-metilolados de la melamina, de la urea, de la urea substituida, de los triazones, de los carbamatos y de los urones, o de mezclas de estos compuestos o de sus éteres alquílicos inferiores, conteniendo dichos derivados N-metilolados por lo menos 3 grupos N-metilol,
- B uno o varios compuestos que tienen propiedades disolventes por los colorantes de dispersión, y que incrementan asimismo la substantividad de éstos por la celulosa, estos compuestos teniendo simultáneamente una afinidad por las fibras de poliéster,
- C uno o varios agentes suavizantes reactivos susceptibles de formar una reacción química con los grupos hidroxí de la celulosa, reduciendo así las propiedades hidrófilas de éstos, y
- D un sistema catalizador para la reticulación simultánea de los componentes A, B y C, originando dicho catalizador un amarillamiento insignificante de las fibras celulósicas a una temperatura de hasta 220°C,

seguidamente se seca el substrato y se lo somete a una temperatura a la cual tiene lugar la reticulación.

El substrato que contiene fibras celulósicas se impregna ventajosamente con el medio acuoso constituido por los componentes A - D, empleando, por ejemplo, técnicas de fulardado. La absorción es por lo general entre un 60 y un 120%, de preferencia entre un 70 y un 100%, en particular entre el 85 y el 90%, dependiendo, desde luego, del método de aplicación, de la naturaleza del substrato y de la concentración de los agentes reticuladores en el medio. Después de la aplicación del medio acuoso, efectuada habitualmente a temperatura ambiente, se seca el substrato, ventajosamente a una temperatura comprendida entre 70 y 120°C, y se lo endurece, es decir, se permite que tenga lugar la reticulación.

Los substratos así tratados presentan una mayor afinidad por los colorantes de dispersión y pueden teñirse (por ejemplo por fulardado) o estamparse bien directamente, bien por intermedio de un carrier para los colorantes (estampación por transferencia) para proporcionar tinturas o estampados sólidos al lavado. Los colorantes de dispersión apropiados son los colorantes C.I. Yellow 54, C.I. Yellow 50, C.I. Orange 20, C.I. Orange 21, C.I. Red 74, C.I. Red 72, C.I. Red 121, C.I. Red 60, C.I. Red 167, C.I. Blue 73, C.I. Blue 1 y C.I. Blue 2.

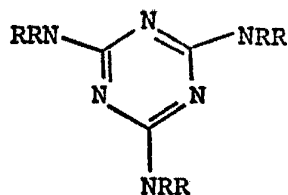
Los procedimientos de tintura y de estampación con utilización de colorantes de dispersión incluyen normalmente una etapa de fijación térmica; la reticulación del medio acuoso constituido por los componentes A - D, aplicado al substrato mediante impregnación y siguiente secado, puede efectuarse simultáneamente con la fijación térmica del colorante. En un procedimiento de tintura a la continua, la fijación térmica puede llevarse a cabo a una temperatura que puede alcanzar 220°C (procedimiento termosol); en un procedimiento de estampación directa, la fijación térmica puede realizarse ventajosamente con vapor a temperaturas comprendidas entre 160 y 180°C por espacio de 5 a 8 minutos (procedimiento HD). La estampación por transferencia puede efectuarse de acuerdo con métodos conocidos, a temperaturas comprendidas entre 180 y 220°C, durante 30 a 60 segundos.

Alternativamente, el endurecimiento o reticulación puede

realizarse en una etapa separada de fijación térmica antes del proceso de tincura o estampación. En este caso, el endurecimiento puede efectuarse en las condiciones habitualmente adoptadas para el tratamiento con resinas de textiles de celulosa, es decir a temperaturas de hasta 220°C, preferentemente a temperaturas comprendidas entre 100 y 180°C, en particular entre 130 y 180°C. El tiempo requerido dependerá de la temperatura, de la naturaleza del substrato, y de la actividad del sistema catalizador utilizado.

El procedimiento de la invención proporciona no solamente buenas tinturas sino, asimismo, confiere al substrato un acabado sólido al lavado, resistente al arrugamiento, y mejor estabilidad dimensional.

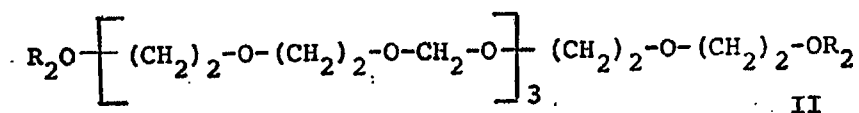
El componente A es de preferencia un compuesto de fórmula I,



en la que cada R significa, independientemente las unas de las otras, hidrógeno o un grupo  $-\text{CH}_2\text{OR}_1$ , en donde cada  $\text{R}_1$  significa, independientemente las unas de las otras, hidrógeno o alquilo  $\text{C}_1-\text{C}_4$ , con el requisito de que por lo menos 3 de los símbolos R deban representar un grupo  $-\text{CH}_2\text{OR}_1$ . Los compuestos de fórmula I contienen de preferencia por lo menos 4 grupos  $-\text{CH}_2\text{OR}_1$ ; en particular, todos los 6 símbolos R de la molécula representan, cada uno, un grupo  $-\text{CH}_2\text{OR}_1$ . De preferencia, 50 a 100%, en particular 80 a 100% de los grupos  $\text{R}_1$  presentes en la molécula significan un grupo alquilo  $\text{C}_1-\text{C}_4$ , de preferencia metilo.

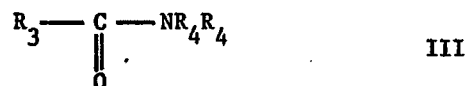
El componente B es de preferencia un compuesto o una mezcla de compuestos elegidos entre los compuestos (i) a (iv) siguientes:

- (i) un producto de condensación polímero de un polialquilenoglicol con un aldehído, en particular el formaldehído. Productos apropiados de este tipo están descritos en la Patente británica N<sup>o</sup> 776 468 y en la Patente estadounidense N<sup>o</sup> 2 786 081. El producto de condensación es de preferencia un acetal reactivo que corresponde a la fórmula II



en la que cada  $R_2$ , independientemente la una de la otra, significa hidrógeno o  $-CH_2OH$ .

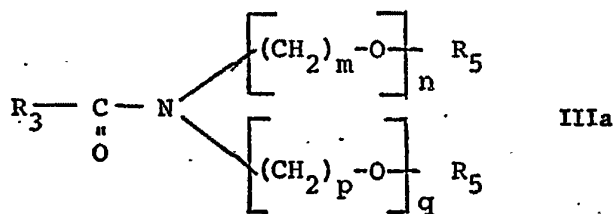
- (ii) una amida del ácido carboxílico de fórmula III



en la que  $R_3$  significa hidrógeno, alquilo  $C_1-C_8$ , un grupo fenilo sin substituir o estando substituido por 1, 2, 3, 4 ó 5 grupos alquilo  $C_1-C_2$ ,

y cada  $R_4$  significa, independientemente la una de la otra, hidrógeno o un resto poliglicólico cuyo grupo hidroxilo terminal puede estar esterificado por un ácido graso que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, con el requisito de que no más de un grupo  $R_4$  pueda ser hidrógeno.

Compuestos de fórmula III preferidos son los compuestos de fórmula IIIa,

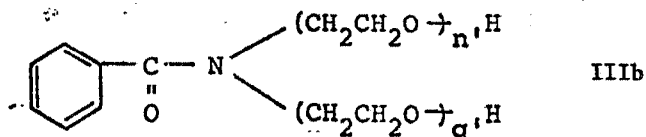


en la que  $\text{R}_3$  tiene la significación arriba definida,  
 $m$  y  $p$  son, independientemente la una de la  
 otra, 2, 3 ó 4,

5 y la suma de  $n$  y  $q$  está comprendida entre 2 y 30, de modo  
 que el peso molecular medio del compuesto  
 de fórmula IIIa no es superior a 2000,

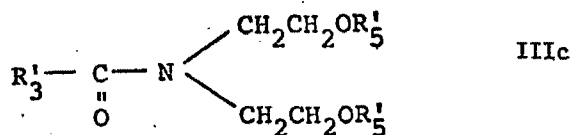
y cada  $\text{R}_5$  significa, independientemente la una de  
 la otra, hidrógeno o un grupo formilo o  
 acetilo.

10 Los compuestos de fórmula IIIa particularmente preferi-  
 dos son los compuestos de fórmula IIIb,



en la que la suma de  $n'$  y  $q'$  está comprendida entre  
 6 y 25;

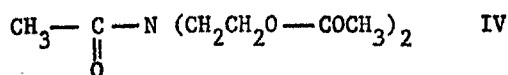
y los compuestos de fórmula IIIc,



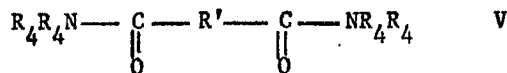
15 en la que  $\text{R}'_3$  significa alquilo  $\text{C}_1\text{-C}_4$ , de preferencia  
 metilo,

y cada  $\text{R}'_5$  significa, independientemente la una de  
 la otra, un grupo formilo o acetilo,

en particular el compuesto de fórmula IV,



(iii) una diamida del ácido carboxílico de fórmula V

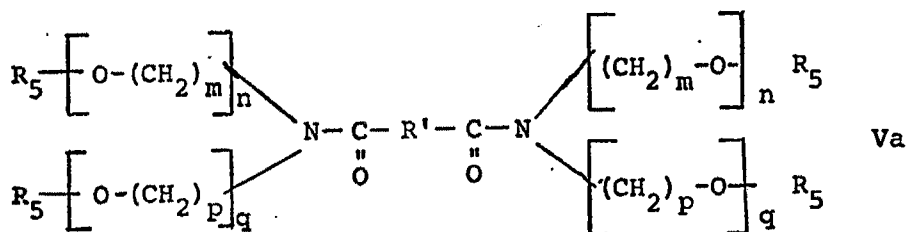


en la que R' significa alquileno C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, o un grupo fenileno sin substituir o estando substituido por 1, 2, 3 ó 4 grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub>,

y R<sub>4</sub> tiene la significación definida más arriba,

con el requisito de que no más de un grupo R<sub>4</sub> sobre cada átomo de nitrógeno pueda ser hidrógeno.

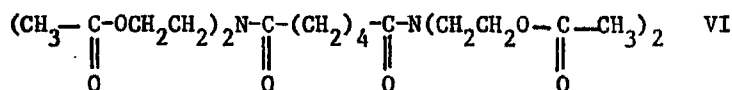
Compuestos preferidos de fórmula V son los compuestos de fórmula Va



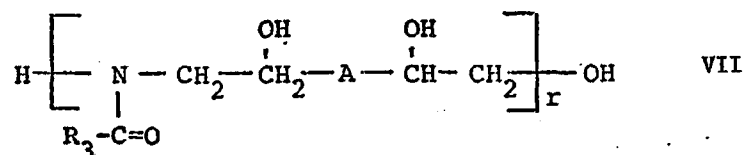
en la que R', m, n, p, q y R<sub>5</sub> tienen las significaciones definidas más arriba.

el peso molecular medio del compuesto de fórmula Va no debiendo ser superior a 2000.

Compuestos de fórmula Va particularmente preferidos son los en los que R' significa alquileno C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, y R<sub>5</sub> significa un grupo formilo o acetilo, en particular el compuesto de fórmula VI



(iv) Una poliamida de bajo peso molecular de fórmula VII,



en la que  $R_3$  tiene la significación definida más arriba,

A significa un enlace directo carbono-carbono o un grupo alquileo que contiene de 2 a 4 átomos de carbono, eventualmente interrumpido por grupos alcoxi  $\text{C}_2\text{-C}_3$ ,

y  $r$  significa un número entero superior a 15, con el requisito de que el peso molecular medio del compuesto de fórmula VII no sea superior a 2000.

Los compuestos especificados bajo (i) - (iv) presentan la propiedad de entrar en reacción con la celulosa y de acelerar la subida de los colorantes de dispersión sobre las fibras de poliésteres.

El componente C es de preferencia un compuesto N-metilol que contiene por lo menos un grupo alquilo superior lineal con 11 a 19 átomos de carbono. A título de ejemplo pueden citarse los compuestos siguientes:

a) una N-metilol amida de ácido graso superior, eventualmente eterificada, que corresponde a la fórmula VIII

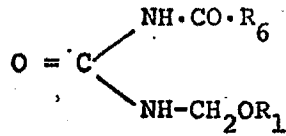


en la que  $R_6$  significa un grupo alquilo lineal que contiene de 11 a 19 átomos de carbono

y  $R_1$  tiene la significación arriba definida.

Como compuesto de fórmula VIII particularmente preferido, puede citarse la N-metilol-estearamida eventualmente eterificada por metanol.

- b) un derivado N-metilolado eventualmente eterificado de una urea o de una melamina substituida por un grupo acilo, como mínimo, que contiene de 12 a 20 átomos de carbono, en particular los compuestos que corresponden a la fórmula IX,



- 5                    en la que  $\text{R}_1$  y  $\text{R}_6$  tienen las significaciones definidas más arriba.

En los compuestos de fórmula IX,  $\text{R}_6$  representa de preferencia un grupo  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}$ .

- 10    o c) Un derivado cuaternizado de la melamina que contiene por lo menos un grupo alcoxi con 12 a 30 átomos de carbono, tal como el descrito en el Ejemplo 7 de la Patente estadounidense N° 3,446,278.

El componente C puede comprender asimismo una mezcla de los compuestos especificados bajo a), b) y c).

- 15                    El componente D es de preferencia un sistema catalizador que comprende los tres o cuatro componentes siguientes:

- i) un compuesto N-metilolado, estable a la hidrólisis y susceptible de formar una resina,
- ii) un catalizador que se constituye de una sal de un metal multivalente, de reacción ácida,
- 20    iii) un sulfato o un borato de un metal alcalino,
- y
- iv) eventualmente, el ácido fosfórico y/o un ácido orgánico carboxílico que contiene por lo menos dos grupos carboxi.

El catalizador presente en D provoca no solamente la reticulación del componente i) sino también la reticulación recíproca de los componentes A, B y C, reticulando estos componentes los unos con los otros y con D i) y los grupos hidroxilo de la celulosa.

5 Los compuestos N-metilolados apropiados, estables a la hidrólisis y especificados bajo D i) son aquellos descritos en "Textil-Veredlung 3, 8, páginas 414-415 (1968). Estos compuestos contienen, como máximo, dos grupos N-metilol en la molécula. Los compuestos N-metilolados preferidos para la utilización como componente D i) son los derivados N,N'-dimetilolados y N,N'-dialcoxi-  
10 metílicos de la 4,5-dihidroxilo- o 4,5-dimetoxi-etileno-urea.

Por sales de reacción ácida tales como las especificadas bajo D ii), se entienden las sales que, disueltas en agua, proporcionan una solución de pH inferior a 7. Como ejemplos de tales sales pueden citarse los nitratos, los cloruros, los sulfatos, los acetatos, los formiatos, los fluoroboratos y los hidrogeno-fosfatos de aluminio, de cinc o de magnesio. Para utilización como componente D ii), estas sales pueden emplearse solas o en forma de mezclas. Se utilizan de preferencia las sales de aluminio, en particular el cloruro de aluminio. Las sales de magnesio poseen una débil actividad y su utilización en ausencia de otras sales metálicas no se recomienda. Sin embargo, es ventajoso utilizar una mezcla de sales de aluminio y de magnesio, en particular una mezcla de nitrato de aluminio y de cloruro de magnesio. Los sistemas de catalizadores de este tipo  
15  
20  
25 están descritos en la Patente suiza N<sup>o</sup> 538 005.

Puede utilizarse asimismo otra mezcla de sales de reacción ácida, en especial una mezcla formada de una sal de aluminio exenta de iones nitrato o cloruro, por ejemplo el sulfato de aluminio, el formiato de aluminio o el acetato de aluminio, y de una sal de cinc exenta de iones nitrato o cloruro, por ejemplo el sulfato de cinc o el fluoroborato de cinc. Una mezcla particularmente preferida de este tipo es la de sulfato de aluminio y de fluoroborato de cinc.  
30

El componente especificado bajo D iii) es de preferencia el sulfato de sodio o de potasio o una mezcla de estas sales.

Los componentes i) ii) e iii) están presentes de preferencia en relaciones en peso de 25-200 : 2-30 : 1-40, de mayor preferencia de 10-30 : 1-4 : 2-4.

5 El componente iv) puede ser omitido excepto cuando el componente ii) se constituye de una mezcla de sales de aluminio y de cinc exentas de iones nitrato o cloruro, según antes descrito; en este caso, el componente iv), de preferencia el ácido fosfórico, está presente ventajosamente en la misma relación en peso que el componente iii).

10 El componente D puede utilizarse ventajosamente en forma de un concentrado acuoso, por ejemplo en forma de un concentrado que contiene 50 partes en peso de componente i), 12,5 partes en peso de componente ii), 10 partes en peso de componente iii) y 50 partes en peso de agua.

15 Eligiendo las concentraciones apropiadas para los componentes A - D, se obtienen preparaciones acuosas según la invención que se presentan bajo la forma de una auténtica solución, lo que es particularmente preferido.

20 Cuando el sustrato a tratar se constituye en un 100% de fibras celulósicas, el componente A se utiliza de preferencia en una concentración comprendida entre 50 y 150 g/litro, en particular entre 80 y 100 g/litro. Para los sustratos mixtos de celulosa/poliéster, la concentración del componente A está comprendida de preferencia entre 20 y 120 g/litro, en particular entre 50 y 80 g/litro, dependiendo de la proporción de celulosa en el sustrato.

25 La concentración del componente B depende de la intensidad de la tintura que se quiere obtener y de la composición del sustrato; esta concentración está comprendida ventajosamente entre 25 y 200 g/litro, de preferencia entre 50 y 100 g/litro.

30 La concentración del componente C está comprendida de preferencia entre 25 y 200 g/litro, en particular entre 50 y 100 g/litro.

Como concentración preferida del sistema catalizador D se considera aquella necesaria para provocar la reticulación de los componentes A, B y C presentes en las cantidades indicadas. Generalmen-

te, la concentración del sistema catalizador D estará comprendida entre 7,5 y 15% en peso, calculado sobre la cantidad total de los componentes A + B + C presentes en el medio acuoso. Cuando se utiliza el componente D en forma de un concentrado tal como especificado, las relaciones en peso apropiadas de los componentes A - D son ventajosamente las siguientes:

A : B : C : C (concentrado) = 1-2 : 0,5-1,5 : 0,5-1,5 : 0,5-1,5,  
en particular 1-2 : 1 : 1 : 1

Los medios acuosos utilizados en el procedimiento de la invención forman otro aspecto de la invención. Estos medios acuosos pueden prepararse mediante dilución de los concentrados acuosos, o bien por adición de los componentes A - D a agua, bien individualmente bien en forma de mezclas de dos o varios compuestos. Según un modo preferido, se añaden los componentes A y B en forma de una mezcla al agua, y luego se agregan por separado los componentes C y D.

Las mezclas de los componentes A y B forman un ulterior aspecto de la invención. Estas mezclas comprenden ventajosamente los componentes A y B en una relación en peso comprendida entre 1:4 y 4:1, de preferencia 1:1.

Los concentrados acuosos o las mezclas acuosas que contienen el componente D junto con uno o varios de los componentes A, B y C son inestables al almacenado y, por consiguiente, no son preferidos.

Los Ejemplos siguientes ilustran la invención más detalladamente; todas las partes y todos los porcentajes se entienden en peso y las temperaturas están indicadas en grados centígrados.



mediante un tratamiento con vapor sobrecalentado a 160° por espacio de 7 minutos, y luego se lava el tejido según métodos habituales.

5 Se obtiene así un matiz tono sobre tono sobre las dos fibras, con muy buenas propiedades de solidez al lavado y a la luz. El tejido presenta buena resistencia permanente al arrugamiento.

Se consiguen resultados análogos utilizando como  
componente C) 25 g/litro del producto que figura en el Ejemplo 7  
de la Patente estadounidense N° 3446 278  
10 y como  
componente B) 50 g/litro de una mezcla de acetales poliglicólicos reactivos de fórmula II arriba citada (producto de comercio que contiene un 100% de sustancia activa).

15 EJEMPLO 2:

Se trata un tejido mixto de 67% de poliéster y de 33% de algodón con un baño acuoso tal como el descrito en el Ejemplo 1, y luego se lo seca a 120°. Se stampa el tejido según el procedimiento de estampación por transferencia, utilizando un papel de transferencia recubierto con un espesante de base que se compone de:

20 1 % de un emulsionante habitual (éter alquilpoliglicólico modificado por grupos aniónicos),  
49 % de agua,  
40 % de un espesante a base de almidón eterificado al 8% y  
25 10 % de white spirit.

La pasta de estampación contiene 6% del colorante C.I. Disperse Red 60.

Se efectúa la estampación por transferencia sobre una prensa de transfer Bemrose a 215° por espacio de 30 segundos.

30 El tejido estampado en un matiz rojo brillante intenso presenta buenas solidez a la luz y al lavado; posee asimismo una buena resistencia al arrugamiento.

REIVINDICACION

1.- Procedimiento para el acabado de textiles, caracterizado porque se trata un substrato que contiene fibras celulósicas con un medio acuoso que comprende:

- 5        A    un precondensado monómero, hidrosoluble, susceptible de formar una resina, y que contiene uno o varios derivados N-metilolados de la melamina, de la urea, de la urea substituida, de los triazonas, de los carbamatos y de los urones, o de mezclas de estos compuestos o de sus éteres alquílicos inferiores, conteniendo dichos derivados N-metilolados por lo menos 3 grupos N-metilol,
- 10
- B    uno o varios compuestos que tienen propiedades disolventes por los colorantes de dispersión, y que incrementan asimismo la substantividad de éstos por la celulosa, estos compuestos teniendo simultáneamente una afinidad por las fibras de poliéster,
- 15
- C    uno o varios agentes suavizantes reactivos susceptibles de formar una reacción química con los grupos hidroxil de la celulosa, reduciendo así las propiedades hidrófilas de éstos, y
- D    un sistema catalizador para la reticulación simultánea de los
- 20        componentes A, B y C, originando dicho catalizador un amarillamiento insignificante de las fibras celulósicas a una temperatura de hasta 220°C,

seguidamente se seca el substrato y se lo somete a una temperatura a la cual tiene lugar la reticulación.

- 25        2.- Procedimiento para el acabado de textiles, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 16 Hojas escritas a máquina  
por una sola cara.

Madrid, 13 MAR. 1979

SANDOZ, S.G.

J. M. GÓMEZ AGUIRRE Y COMPA

ca. de Firmador J. Suarez Diaz

