

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 380 028**

21 Número de solicitud: 201090019

51 Int. Cl.:

D06M 13/338 (2006.01)

D06M 13/332 (2006.01)

D06M 11/63 (2006.01)

D06P 1/38 (2006.01)

D06P 3/70 (2006.01)

D06M 101/28 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación: **09.07.2008**

30 Prioridad: **02.11.2007 JP 2007-285630**

43 Fecha de publicación de la solicitud: **08.05.2012**

43 Fecha de publicación del folleto de la solicitud:
08.05.2012

71 Solicitante/s: **JAPAN EXLAN COMPANY LIMITED**
2-8, Dojima Hama 2-chome
Kita-ku, Osaka-shi, Osaka 5300004, JP

72 Inventor/es: **Yamauchi, Takao y**
Tanaka, Koji

74 Agente/Representante:
De Elzaburu Márquez, Alberto

54 Título: **Fibra de acrilato reticulable teñible y método para su fabricación; y fibra de acrilato reticulable teñida preparada por tinción de dicha fibra.**

57 Resumen:

Fibra de acrilato reticulable teñible y método para su fabricación; y fibra de acrilato reticulable teñida preparada por tinción de dicha fibra.

La presente invención proporciona una fibra de acrilato reticulable que tiene excelente tintabilidad uniforme y excelente tintabilidad en tonos oscuros, que puede expresar una alta solidez del color y que, incluso después del tinte, es capaz de expresar las mismas características tales como sus propiedades absorbentes/desorbentes de humedad, propiedades antibacterianas o propiedades desodorantes, que antes del tinte. La presente invención es una fibra de acrilato reticulable teñible, caracterizada porque la fibra se prepara sometiendo una fibra acrílica a un tratamiento con un compuesto hidrazínico y a un tratamiento con un compuesto orgánico amínico, que tiene dos o más grupos amino primarios en la molécula y seguidamente a un tratamiento de hidrólisis.

ES 2 380 028 A1

DESCRIPCIÓN

Fibra de acrilato reticulable teñible y método para su fabricación; y fibra de acrilato reticulable teñida preparada por tinción de dicha fibra.

Campo técnico de la invención

La presente invención se refiere a una fibra de acrilato reticulable teñible. Más concretamente, se refiere a una fibra de acrilato reticulable cuya tintabilidad se mejora, sin deteriorar propiedades tales como la absorción/desorción de humedad o la desodorización, por medio de la introducción de grupos amino por tratamiento con un compuesto orgánico amínico durante la fabricación de la fibra de acrilato reticulable.

Técnica anterior

Dado que una fibra de acrilato reticulable tiene excelentes propiedades absorbentes/desorbentes de humedad, exotérmicas, desodorantes y antibacterianas, esta siendo centro de atención en los últimos años como fibra multifuncional o de alta funcionalidad. Sin embargo, dicha fibra tiene un tono de color que va del rosa claro al marrón o tiene un grupo carboxilo y, por lo tanto, aunque puede ser coloreada usando un tinte catiónico, existe un problema en cuanto al tono del color y es que la solidez del color es mala debido a la propiedad de la fibra misma de hincharse en agua por lo que la tinción a un nivel práctico es difícil. Por consiguiente, en aquellos sectores en los que el tono de color se considera importante, como es el caso de la ropa de vestir, los tejidos decorativos y los materiales de construcción, su aplicación ha estado seriamente limitada no sólo en los casos de una estructura fibrosa en los que se usa dicha fibra en solitario, sino también en los casos en que dicha fibra está mezclada con otras.

Con respecto al problema en sí, en el documento de patente 1, una fibra de acrilato se trata primero para que contenga de 0,5 a 5% en peso de negro de humo, que es un pigmento para impartir el color negro, y después la fibra de material se somete a reticulación con un compuesto hidrazínico y se introducen grupos carboxilo por hidrólisis. Sin embargo, este método sólo se puede utilizar para dar color negro. Aunque se usen fibras de material de otros colores, todavía es enteramente imposible comunicar industrialmente muchos tipos de color.

En el documento de patente 2, se describe un método donde, para facilitar la tinción a nivel práctico de una fibra de acrilato reticulable, se incorpora en ella un compuesto capaz de teñirla que tiene grupos hidroxilo y amino en una molécula. En dicho método, una fibra de acrilato reticulable, preparada sometiendo una fibra de acrilato reticulable a un tratamiento para la introducción de enlaces cruzados usando un compuesto hidrazínico y a un tratamiento de hidrólisis usando una solución acuosa alcalina de una sal metálica, se somete a un tratamiento de impregnación con una solución acuosa de un compuesto tintóreo que tiene grupos hidroxilo y amino en su molécula. La fibra resultante presenta una tintabilidad, es decir una capacidad de tinción, no menor que 3 en cuanto a solidez del color cuando se frota en mojado.

Sin embargo, en este método, el número de etapas de tratamiento aumenta considerablemente, por lo que, desde el punto de vista industrial, es inevitable que la productividad disminuya. Más aún, como la fibra se hace teñible por reacción del grupo amino del compuesto tintóreo con el grupo carboxilo de la fibra de acrilato reticulable, es difícil que la fibra se cubra de color uniforme cuando se trata una fibra de acrilato reticulable que tiene muchos grupos carboxilo. Más aún, como el grupo carboxilo es secuestrado por el compuesto tintóreo, existe la posibilidad de que se deterioren las propiedades de absorción/desorción y las propiedades desodorantes que son inherentes a la fibra de acrilato reticulable.

En el documento de patente 3, se proporciona una mejora en un método de tinción que permite mejorar la solidez del color aplicado a una fibra de acrilato reticulable. En dicho método, como el tratamiento con un compuesto hidrazínico para introducir enlaces cruzados no sólo conduce a la formación de enlaces cruzados sino que también se forman grupos amino, la tinción se efectúa utilizando dichos grupos amino como sitio de tinción para el tinte reactivo con el fin de obtener una buena solidez del color. Sin embargo, como el número de grupos amino formados como resultado de dicho tratamiento reticulable es pequeño, existen problemas para teñir uniformemente y para teñir en colores oscuros y, por otro lado, existe el problema fundamental de que es difícil cambiar el estado de reticulación que afecta en gran medida a las propiedades físicas de la fibra con el propósito de mejorar la capacidad de tinción.

Documentos de patentes

1. Solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública (JP-A) nº 2003-89971.
2. Solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública (JP-A) nº 2003-278079.
3. Solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública (JP-A) nº 2006-70421.

Descripción de la invención

Problema que resuelve la invención

5 La presente invención se ha creado a la vista del estado actual de la técnica anterior en sí, y su objeto es proporcionar una fibra de acrilato reticulable que tenga excelente tintabilidad uniforme y tintabilidad en colores oscuros, que sea capaz de expresar una alta solidez de color y que sea capaz, incluso después del tinte, de expresar las mismas propiedades absorbentes/desorbentes de humedad, antibacterianas o desodorantes que antes del tinte.

Medios para resolver el problema

10 Para conseguir el objeto indicado, los autores de la invención han realizado estudios exhaustivos para la fabricación de una fibra de acrilato reticulable que tenga una excelente tintabilidad y, como resultado, han encontrado que una nueva fibra de acrilato reticulable, en la que se ha introducido por enlace covalente un grupo amino que se convierte
15 en un sitio de tinción con el tinte reactivo, es teñible uniformemente y en colores oscuros y tiene también una solidez de color excelente sin deterioro de características tales como las propiedades absorbentes/desorbentes de humedad, las propiedades exotérmicas tras la absorción de humedad, las propiedades antibacterianas o las propiedades desodorantes de la fibra de acrilato reticulable, y así han completado la presente invención.

20 El objeto arriba mencionado de la presente invención puede obtenerse de la manera siguiente.

[1] Una fibra de acrilato reticulable teñible, caracterizada por que la fibra se prepara sometiendo una fibra acrílica a un tratamiento con un compuesto hidrazínico y a un tratamiento con un compuesto orgánico amínico que tiene dos o más grupos amino primarios en la molécula y seguidamente a un tratamiento de hidrólisis.

25 [2] La fibra de acrilato reticulable teñible según el párrafo [1] anterior, en donde el compuesto orgánico amínico que tiene dos o más grupos amino primarios en la molécula tiene tres o más grupos amino en la molécula y tiene una estructura en la que los grupos amino están unidos entre sí por un grupo alquileo que tiene tres o más carbonos.

30 [3] La fibra de acrilato reticulable teñible según el párrafo [1] anterior, en donde el tratamiento con el compuesto orgánico amínico se lleva a cabo después del tratamiento con el compuesto hidrazínico.

[4] Un método para fabricar una fibra de acrilato reticulable teñible, caracterizado por someter una fibra acrílica a un tratamiento con un compuesto hidrazínico y a un tratamiento con un compuesto orgánico amínico que tiene dos o
35 más grupos amino primarios en la molécula y después someter el compuesto resultante a un tratamiento de hidrólisis.

[5] Una fibra de acrilato reticulable teñida, caracterizada por que la fibra se prepara adsorbiendo un tinte reactivo en la fibra de acrilato reticulable teñible mencionada en cualquiera de los párrafos [1] a [3] anteriores en condiciones ácidas, y seguidamente haciendo reaccionar dicho tinte con los grupos amino de la fibra en condiciones alcalinas.

Ventajas de la invención

40 Cuando se usa la fibra de acrilato reticulable teñible de la presente invención, es posible fabricar una fibra de acrilato reticulable teñida uniformemente y de color oscuro y con una solidez de color duradera en uso real sin deterioro de características tales como las propiedades absorbentes/desorbentes de humedad, las propiedades exotérmicas tras la absorción de humedad, las propiedades antibacterianas o las propiedades desodorantes. Como resultado, ahora es posible producir una fibra de acrilato reticulable cuyo uso no se ha desarrollado lo suficiente debido a sus malas propiedades tintóreas a pesar de su elevada y variada funcionalidad en un sector de la técnica en la que el tono de color se considera importante. Tal fibra de acrilato reticulable teñible de la presente invención es muy útil en varios sectores
50 de la técnica tales como ropa de vestir, tejidos decorativos y materiales de construcción para los que se demanda elevada y variada funcionalidad.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

55 La fibra acrílica empleada por la presente invención puede ser cualquier fibra con tal que esté constituida por un polímero de acrilonitrilo (aquí en lo sucesivo, se designará por el acrónimo "AN") y, en lo que se refiere al polímero de AN, se puede emplear un homopolímero de AN o bien un copolímero de AN con otro monómero.

60 La cantidad copolimerizable de AN en un polímero de AN es preferiblemente 40% en peso o mayor, más preferiblemente 50% en peso o mayor, y aún más preferiblemente 80% en peso o mayor. En la presente invención, se hace reaccionar un grupo nitrilo del polímero de AN que forma una fibra de acrilato con un compuesto hidrazínico y un compuesto orgánico amínico, con lo que se introduce una estructura reticulable y un grupo amino en la fibra. Una estructura reticulable y un grupo amino afectan mucho a las propiedades físicas y a la tintabilidad de la fibra, respectivamente, y cuando el AN está en cantidades demasiado pequeñas, es inevitable que la cantidad de estructura reticulable y grupos amino se haga también pequeña y existe la posibilidad de que las propiedades físicas y la tintabilidad de la fibra lleguen a ser insuficientes pero, cuando la cantidad copolimerizable de AN está dentro de los niveles indicados anteriormente, es fácil que se consigan buenos resultados.

ES 2 380 028 A1

Cuando se emplea un copolímero de AN con otro monómero como polímero de AN, ejemplos de los componentes copolimerizables distintos de AN incluyen un monómero que contiene grupos de ácido sulfónico tal como ácido metililsulfónico o ácido p-estirenosulfónico y una sal del mismo, un monómero que contiene grupos de ácido carboxílico tal como ácido (met)acrílico o ácido itacónico y una sal del mismo y un monómero tal como estireno, acetato de vinilo, (met)acrilato o (met)acrilamida y no existe ninguna limitación particular para ellos con tal que sea un monómero que se pueda copolimerizar con AN.

No hay limitación particular en lo que se refiere al modo de fabricación de la fibra acrílica empleado en la presente invención, sino que, básicamente, se puede aplicar cualquier método de fabricación conocido *per se*. La forma puede ser indistintamente una fibra corta, estopa, hilo, textil tejido/tricotado, textil no tejido, etc. Alternativamente, se puede emplear un producto intermedio durante las etapas de fabricación, restos de fibras, etc.

Es ventajoso que la reacción discurra uniformemente y con rapidez, particularmente en el caso de una fibra de acrilato que tiene una estructura relativamente gruesa que se prepara mediante hilado por vía húmeda o mediante hilado por vía seca/húmeda y no se somete a tratamiento térmico tal como secado y estirado o liberación por calor húmedo o, de modo más específico, en el caso de una fibra acrílica en la que el grado de hinchamiento con agua, que es el porcentaje de su contenido de agua expresado sobre la base del peso de fibras secas, es de 30 a 150%, ya que la dispersabilidad de la fibra en la solución de reacción, la permeabilidad de la fibra en el compuesto orgánico amínico, etc., se hacen altas.

El tratamiento con un compuesto hidrazínico en la presente invención se refiere a la reacción de un grupo nitrilo, etc., del polímero de AN con el compuesto hidrazínico. Como resultado de la reacción en sí, se forma una estructura reticulable entre los polímeros de AN o dentro del polímero y dicha estructura reticulable tiene un efecto tal que la hidrofilia del polímero se intensifica por el grupo carboxílico introducido tras el tratamiento de hidrólisis que se mencionará más tarde, por lo que es posible suprimir el deterioro de las propiedades físicas de la fibra tras la absorción de humedad, etc.

No hay limitación particular en cuanto al compuesto hidrazínico empleado por la presente invención y ejemplos de los mismos incluyen hidrato de hidrazina, sulfato de hidrazina, hidrocloreuro de hidrazina, bromato de hidrazina y carbonato de hidrazina así como los compuestos que tienen varios grupos amino tales como etilendiamina, sulfato de guanidina, hidrocloreuro de guanidina, fosfato de guanidina y melamina.

El tratamiento con un compuesto orgánico amínico de la presente invención significa que un grupo nitrilo, etc., del polímero de AN se hace reaccionar con un compuesto orgánico amínico. Como resultado, se introduce un grupo amino que se va a convertir en un sitio de tinción. En cuanto al compuesto orgánico amínico, se emplea uno que tiene dos o más grupos amino primarios en la molécula. Esto se debe a que son necesarios al menos un grupo amino que reaccione con un grupo nitrilo de un polímero de AN y al menos un grupo amino que se convierta en un sitio de tinción. Esto también es debido a que se prefiere que el grupo amino sea un grupo amino primario en vista de la reactividad con el grupo nitrilo o con el tinte reactivo. Incidentalmente, incluso en el tratamiento con un compuesto orgánico amínico en sí, puede formarse una estructura reticulable de la misma manera que en el tratamiento mencionado anteriormente con un compuesto hidrazínico cuando el grupo amino que se va a convertir en un sitio de tinción reacciona con el grupo nitrilo del polímero de AN. Es posible disminuir la velocidad de formación de la estructura reticulable por regulación de las condiciones de reacción.

Ejemplos específicos del compuesto orgánico amínico en sí incluyen, etilendiamina, dietilentriammina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina, polivinilamina, polietilenimina, 3,3'-iminobis(propilamina), N-metil-3,3'-iminobis(propilamina), N,N'-bis(3-aminopropil)etilendiamina, N,N'-bis(3-aminopropil)-1,3-(propilendiamina), N,N'-bis(3-aminopropil)-1,3-butilendiamina, N,N'-bis(3-aminopropil)-1,4-butilendiamina, etc.

Entre los compuestos orgánicos amínicos en sí, el más preferido es uno que tiene tres o más grupos amino en la molécula y que tiene una estructura en la que hay un grupo alquileo de tres o más átomos de carbono que enlaza con los grupos amino. Incidentalmente, el número de carbonos, como se usa aquí, representa el número de carbonos que están directamente entre los grupos amino y no incluye el número de carbonos en cadenas ramificadas, grupos sustituyentes, etc. Cuando hay dos grupos amino en una molécula, existe la posibilidad mencionada anteriormente de que se forme una estructura reticulable y se pierda el grupo amino que va a convertirse en un sitio de tinción mientras que, cuando hay tres o más grupos amino en una molécula, uno o más grupos amino permanecen todavía incluso cuando dos grupos amino reaccionan con el grupo nitrilo en el polímero de AN para formar una estructura reticulable y, además, existe una posibilidad escasa, debido al impedimento estérico, de que dicho o dichos grupos amino reaccionen adicionalmente con el grupo nitrilo del polímero de AN, por lo que puede afianzarse con más seguridad el grupo amino que puede convertirse en un sitio de tinción.

Ya que el compuesto orgánico amínico que tiene dicha estructura reacciona rápidamente con un grupo nitrilo y la reacción puede discurrir en poco tiempo incluso cuando la temperatura de tratamiento no es mayor que 100°C, no existe la necesidad de aplicar presión el recipiente, lo cual es ventajoso en términos de coste y, por tanto, preferido. Además, cuando el compuesto orgánico amínico tiene dicha estructura, la fibra resultante es capaz de colorearse menos, lo cual es ventajoso para la tinción.

ES 2 380 028 A1

Como ejemplos de compuesto orgánico amínico que tiene dicha estructura, se pueden citar 3,3'-iminobis(propilamina), N-metil-3,3'-iminobis(propilamina), N,N'-bis(3-aminopropil)etilendiamina, N,N'-bis(3-aminopropil)-1,3-(propilendiamina), N,N'-bis(3-aminopropil)-1,3-butilendiamina, N,N'-bis(3-aminopropil)-1,4-butilendiamina, etc.

5 Además, en el tratamiento con un compuesto orgánico amínico, se puede ajustar fácilmente el número de sitios de tinción mediante selección adecuada del compuesto orgánico amínico y el número de grupos amino en dicho compuesto. Por lo tanto, es posible mejorar la tintabilidad en términos de uniformidad y de oscuridad del color.

10 En la presente invención, como ya se ha indicado más arriba, la fibra acrílica se trata con el compuesto hidrazínico y con el compuesto orgánico amínico, y cualquiera de estos tratamientos puede efectuarse primero o, alternativamente, ambos pueden hacerse al mismo tiempo, siempre y cuando ambos se realicen antes que el tratamiento de hidrólisis. Sin embargo, como la característica siguiente depende del orden de los tratamientos, es deseable decidir el orden de los tratamientos después de reconocer tal característica.

15 Así, en primer lugar, cuando los tratamientos se efectúan al mismo tiempo se tiene la ventaja de que disminuye el número de etapas, pero es difícil recuperar y reutilizar el compuesto hidrazínico y el compuesto orgánico amínico que no han reaccionado y se complica el control de la cantidad de grupos amino que se introducen y de la estructura reticulable. Por otro lado, cuando cada tratamiento se efectúa por separado, se simplifica el control de la estructura y la recuperación/reutilización de los productos químicos, pero a costa de incrementar el número de etapas. Especialmente
20 cuando el tratamiento con un compuesto hidrazínico se efectúa primero, la estructura reticulable ya está presente en la etapa de tratamiento con el compuesto orgánico amínico, por lo que el impedimento esférico se hace mayor. Por lo tanto, es difícil que se forme la estructura reticulable antes mencionada por el compuesto orgánico amínico y los grupos amino que se van a convertir en el sitio de tinción pueden ser introducidos de forma eficiente en la fibra y eso se prefiere.

25 El grado de reacción con un compuesto hidrazínico o con un compuesto orgánico amínico se puede determinar convenientemente escogiendo la cantidad necesaria de estructura reticulable y de grupos amino en base a la propiedad física considerada y a la tintabilidad de la fibra, y aunque es posible ajustarla convenientemente dependiendo de las condiciones de reacción, también es necesario efectuar la reacción de manera que se conserve el grupo funcional tal como el grupo nitrilo que va a ser sometido al tratamiento de hidrólisis posterior.
30

No hay limitación particular en cuanto al método de tratamiento de la fibra de acrilato con un compuesto hidrazínico o con un compuesto orgánico amínico y, como ejemplo del mismo, se incluye un método en el que se prepara una solución acuosa de dicho compuesto y se introduce en ella una fibra de acrilato, y un método en el que dicha solución
35 se rocía o se aplica a la fibra de acrilato.

Después del tratamiento con el compuesto hidrazínico y del tratamiento con el compuesto orgánico amínico, también es aceptable que los compuestos que permanecen sin reaccionar después de esos tratamientos sean separados a fondo y después se lleve a cabo un tratamiento con un ácido. Como resultado de efectuar el tratamiento con un ácido,
40 se puede mejorar la blancura de la fibra, lo cual es ventajoso para su tinción. Ejemplos del ácido que se utiliza en el tratamiento con un ácido incluyen un ácido mineral tal como ácido nítrico, ácido sulfúrico o ácido clorhídrico, y un ácido orgánico tal como ácido fórmico o ácido acético.

En la presente invención, una fibra acrílica se somete a tratamiento con un compuesto hidrazínico y a tratamiento
45 con un compuesto orgánico amínico, y después, si se desea, se somete a tratamiento con un ácido y, después de esto, se lleva a cabo un tratamiento de hidrólisis. Como resultado del tratamiento de hidrólisis, los grupos nitrilo que no han reaccionado y se mantienen durante el tratamiento con un compuesto hidrazínico y durante el tratamiento con un compuesto orgánico amínico o durante el tratamiento con un ácido efectuado a continuación, así como los grupos amida que se producen por hidrólisis de una parte de los grupos nitrilo como resultado del tratamiento, se convierten
50 en grupos carboxílicos.

En la presente invención, para que se produzca una introducción suficiente de estructura reticulable y de grupos amino, es importante que se efectúe un tratamiento de hidrólisis después del tratamiento con un compuesto hidrazínico y del tratamiento con un compuesto orgánico amínico. Si el tratamiento de hidrólisis es efectuado antes del tratamiento
55 con un compuesto hidrazínico y del tratamiento con un compuesto orgánico amínico, el resultado es que el compuesto hidrazínico y el compuesto orgánico amínico tendrán que reaccionar en presencia de grupos carboxilo pero, como esos compuestos forman fácilmente un enlace iónico con el grupo carboxilo, la reacción de interés con los grupos nitrilo no se producirá, por lo que la introducción de estructura reticulable y de grupos amino será insuficiente.

60 Ya que la presencia de grupos carboxilo hace que se expresen características tales como las propiedades adsorbentes/desorbentes de humedad, las propiedades exotérmicas tras la absorción de humedad o las propiedades desodorantes en la fibra de acrilato reticulable, puede decidirse la cantidad de grupos carboxilo que se van a introducir para que la característica de interés pueda ser ajustada a cualquier valor dependiendo de las condiciones de reacción. Sin embargo, habitualmente se prefiere introducir el grupo carboxílico en una cantidad de 1 a 12 mmol/g, preferiblemente de 3 a 10
65 mmol/g, y más preferiblemente de 3 a 8 mmol/g.

Ejemplos del compuesto empleado en dicho tratamiento de hidrólisis incluyen un compuesto de metal alcalino tal como un hidróxido de metal alcalino, un hidróxido de metal alcalinotérreo o un carbonato de metal alcalino.

ES 2 380 028 A1

También es posible efectuar un tratamiento reductor después de dicho tratamiento de hidrólisis. Como resultado de efectuar el tratamiento reductor, se intensifica la blancura de la fibra, lo cual es ventajoso para su tinción. Ejemplos del agente usado para dicho tratamiento reductor incluyen una sustancia química que comprende un miembro seleccionado del grupo que consiste en una sal hidrogenosulfito, tiosulfato, sulfito, nitrilo, dióxido de tiourea, ascorbato y un compuesto hidrazínico o una mezcla de dos o más de ellos.

En la fibra de acrilato reticulable teñible de la presente invención fabricada como se ha indicado anteriormente, se mejora la tintabilidad y, además, es posible expresar funciones tales como la propiedad absorbente/desorbente de humedad, la propiedad exotérmica tras la absorción de humedad, la propiedad desodorante, etc., igual que en el caso de la fibra de acrilato reticulable convencional.

Ahora se ilustrará detalladamente un método de fabricación para un ejemplo de un caso en el que primero se efectúa el tratamiento con un compuesto hidrazínico y después se efectúa el tratamiento con un compuesto amínico.

Primero se aplica el tratamiento con un compuesto hidrazínico a la fibra acrílica mencionada anteriormente y, en dicho tratamiento, se introduce una estructura reticulable como ya se ha mencionado, a consecuencia de la cual, se incrementa la cantidad de nitrógeno en la fibra. Por lo tanto, un incremento en la cantidad de nitrógeno en la fibra es un criterio para evaluar la cantidad de estructura reticulable introducida en ella. Para obtener buenas propiedades físicas de la fibra, se prefiere que el incremento en la cantidad de nitrógeno se ajuste a un valor en el intervalo de 0,1 a 10% en peso. Como ejemplo de condiciones de reacción específicas para la misma, se incluyen las condiciones en las que el tratamiento se efectúa a 50 a 120°C durante 5 horas en una solución acuosa que contiene de 5 a 60% en peso de un compuesto hidrazínico. La expresión “incremento en la cantidad de nitrógeno” usada aquí en lo que antecede significa la diferencia entre la cantidad de nitrógeno en la fibra de acrilato usada como material y la cantidad de nitrógeno en la fibra tratada con un compuesto hidrazínico.

A continuación, la fibra sometida al tratamiento con un compuesto hidrazínico se lava con agua y se somete a un tratamiento con un compuesto orgánico amínico. En dicho tratamiento, se introducen grupos amino que van a convertirse en sitios de tinción. En cuanto a las condiciones de reacción específicas, se pueden citar como ejemplo aquellas en las que el tratamiento se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 50 a 150°C, preferiblemente de 80 a 150°C, durante 30 minutos a 48 horas en una solución acuosa cuya concentración de compuesto orgánico amínico es 1% en peso o mayor. Particularmente cuando se emplea como compuesto amínico un compuesto con una estructura tal que los grupos amino están unidos a través un grupo alquileo que tiene tres o más átomos de carbono, el tratamiento puede llevarse a cabo a una temperatura de 50 a 150°C durante 30 minutos a 4 horas, Como resultado del tratamiento en estas condiciones, se puede preparar una fibra que tiene una cantidad elevada de tinte saturado y ahora es posible que exprese tintabilidad uniforme y tintabilidad en tonos oscuros excelentes.

La fibra que se sometió al tratamiento con un compuesto orgánico amínico se puede someter a un tratamiento con un ácido después del lavado con agua. En cuanto al ácido usado para el tratamiento con un ácido, se puede emplear el ácido ejemplificado antes. Aunque no hay ninguna limitación particular para las condiciones del tratamiento con un ácido, se puede citar como ejemplo general el caso en que la fibra que se ha de tratar se sumerge en una solución acuosa con una concentración de ácido de 5 a 20% en peso, preferiblemente de 7 a 15% en peso, a una temperatura de 50 a 120°C durante 0,5 a 10 hora(s).

La fibra, una vez sometida al tratamiento arriba indicado, se lava con agua y después se somete a un tratamiento de hidrólisis. Con este tratamiento se introducen grupos carboxi en la fibra. Cuando se lleva a cabo un tratamiento de hidrólisis usando el compuesto de metal alcalino arriba mencionado, el grupo carboxílico resultante se une al ion metálico derivado de dicho compuesto con lo que se convierte mayoritariamente en un grupo carboxílico de tipo sal metálica.

La cantidad de grupos carboxilo que se introducen se puede decidir dependiendo de la función exigida en la fibra final y, habitualmente, es la misma que se ha mencionado aquí anteriormente. En cuanto a las condiciones de reacción específicas en el caso de usar un compuesto metálico alcalino, se pueden citar como ejemplo las condiciones en las que el tratamiento se efectúa en una solución acuosa del mismo en una concentración de 1 a 10% en peso, preferiblemente 1 a 5% en peso, a una temperatura de 50 a 120°C durante 1 a 10 horas(s).

Después del tratamiento de hidrólisis propiamente dicho, se puede llevar a cabo un tratamiento reductor. En cuanto al agente usado para el tratamiento reductor, se pueden emplear las sustancias ya mencionadas. En cuanto a las condiciones de tratamiento, se puede citar como ejemplo general el caso en que la fibra que se ha de tratar se sumerge en una solución acuosa que contiene una concentración de agente de 0,5 a 5% en peso, a una temperatura de 50 a 120°C durante 30 minutos a 5 horas.

No existe ninguna limitación particular en lo que se refiere al método de teñir la fibra de acrilato reticulable teñible según la presente invención y, por ejemplo, se puede emplear un método de tinción en el que se usa un tinte reactivo que reacciona con el grupo amino. En particular, cuando se emplea el método de tinción descrito en el Documento de patente 3 mencionado en la sección de “Técnica anterior”, es posible preparar una fibra de acrilato reticulable teñida que tiene, no sólo buena solidez del color, sino también una uniformidad excelente y una excelente capacidad de coloración en tonos oscuros, que no se han podido obtener ni siquiera cuando se aplica dicho método de tinción a la

fibra de acrilato reticulable convencional sin deterioro de las funciones características de la fibra de acrilato reticulable, tales como las propiedades absorbentes/desorbentes de humedad, las propiedades exotérmicas tras la absorción de humedad o las propiedades desodorantes.

5 Incidentalmente, el método de tinción mencionado en el documento de patente 3 es un método en el que se adsorbe un tinte reactivo en una fibra de acrilato reticulable en condiciones ácidas y después se hace reaccionar dicho tinte con un grupo amino de la fibra en condiciones alcalinas.

10 En dicho método de tinción, se utiliza un tinte reactivo que reacciona con un grupo amino. Ejemplos de tinte reactivo incluyen un tinte de clorotriazina tal como tinte de monoclorotriazina o tinte de diclorotriazina, un tinte de cloropirimidina y un tinte de vinilsulfona. También es posible usar un tinte que tenga una pluralidad de grupos funcionales del mismo tipo tal como un tinte que tenga dos grupos sulfatoetilsulfona o un tinte que tenga dos o más grupos monoclorotriazina, y un tinte que tenga una pluralidad de diferentes grupos funcionales tales como un tinte de sulfatoetilsulfona/monoclorotriazina, un tinte de sulfatoetilsulfona/diclorotriazina, o un tinte de sulfatoetilsulfona/difluoromonoclorotriazina.

20 En principio, el proceso de tinción consiste en la adsorción del tinte reactivo en la fibra de acrilato reticulable teñible de la presente invención en condiciones ácidas. Más específicamente, se lleva a un valor de 5 o menos el pH de un baño al que se van a añadir el tinte reactivo y un ácido y se introduce en el mismo la fibra de acrilato reticulable teñible de la presente invención. Como ácido para ajustar el pH, se puede usar una solución acuosa de un ácido orgánico tal como ácido acético, ácido fórmico, ácido láctico o ácido tartárico y un ácido mineral tal como ácido nítrico, ácido sulfúrico o ácido clorhídrico. Habitualmente la temperatura de tratamiento es de 60°C o más alta.

25 Seguidamente, se forma un enlace covalente entre el tinte y el grupo amino en la fibra de acrilato reticulable teñible de la presente invención, en condiciones alcalinas. Más concretamente, la fibra de acrilato reticulable teñible de la presente invención en un estado en el que el tinte reactivo está adsorbido sobre ella, se sumerge en agua, se le añade un compuesto alcalino para que se produzca la reacción y, finalmente, se lleva el pH del baño después del tratamiento a 9 o más alto. Ejemplos del compuesto alcalino para ajustar el pH incluyen una sal de ácido orgánico, un carbonato o hidróxido de metal alcalino, etc., un compuesto amínico y amoníaco. Habitualmente, la temperatura para el tratamiento es de 60°C o más alta.

30 Una vez producida la tinción por ese método, un ion contrario en la fibra llega a ser sustituido con el ion derivado del compuesto alcalino mencionado anteriormente y es posible convertirlo en un grupo carboxilo deseado de tipo de sal metálica y/o un grupo carboxilo de tipo H por medio de intercambio iónico adicional, con lo que es posible ajustar la característica tal como la propiedad absorbente/desorbente de humedad, la propiedad exotérmica tras la absorción de humedad o la propiedad desodorante.

40 Ejemplos

Aquí en lo sucesivo, la presente invención se ilustrará específicamente en los siguientes Ejemplos aunque la presente invención no se limita a ellos. Los términos “parte(s)” y “porcentaje(s)” usados en los Ejemplos son en peso, salvo indicación en contrario.

45 (1) *Cantidad de grupos carboxilo [mmol/g]*

Después de añadir 200 ml de agua a aproximadamente 1 g de una muestra, se añadió una solución acuosa 1 M de ácido clorhídrico hasta un valor de pH 2 y la muestra se lavó con agua, se deshidrató y se secó. Después se secó bien, se pesaron con precisión aproximadamente 0,2 g (A [g]) y se hizo una curva de valoración de acuerdo con un método convencional usando una solución acuosa 0,1 M de hidróxido de sodio. A partir de la curva de valoración, se determinó la cantidad de solución acuosa de hidróxido de sodio consumida por los grupos carboxilo (B [ml]) y se calculó la cantidad de grupos carboxilo (mmol/g) por la fórmula siguiente.

$$55 \text{ Cantidad de grupos carboxilo [mmol/g]} = 0,1 B/A$$

(2) *Tasa de absorción de humedad saturada (%)*

60 Aproximadamente 5,0 g de la muestra se secaron a 105°C durante 16 horas usando un secador de aire caliente y se midió su peso (C [g]). Después de mantener la muestra durante 24 horas en un termostato a 20°C de temperatura y una humedad relativa del 65%, se midió el peso de la muestra que estaba húmeda (D [g]). A partir del resultado de la medición anterior, se calculó una tasa de absorción de humedad (%) por medio de la siguiente ecuación:

$$65 \text{ Tasa de absorción de humedad saturada [\%]} = \{(D-C)/C\} \times 100$$

ES 2 380 028 A1

(3) *Cantidad teñida saturada* [% owf (por sus siglas en inglés, on weight of fabric, es decir sobre peso de género textil)]

Se pusieron en agua un tinte reactivo Sumifix Supra Blue BRF (fabricado por Sumitomo Chemical) (0,60 g) y ácido fórmico para preparar 120 ml de un baño tintóreo de pH 2,0. Una muestra (0,60 g) en la que el grupo carboxilo se había convertido en un tipo H se sumergió en dicho baño tintóreo y se sometió a un tratamiento de adsorción del tinte a 60°C durante 5 horas. El espectro de absorción de la solución tintórea preparada filtrando la muestra del baño tintóreo después del tratamiento se midió usando un espectrofotómetro U-1100 (fabricado por Hitachi) y la cantidad del tinte residual se cuantificó a partir de la absorción a la longitud de onda máxima de 610 nm mediante un análisis espectrofotométrico. A partir del resultado medido, se calculó la cantidad teñida saturada (% owf) a partir de la siguiente ecuación:

$$\text{Cantidad teñida saturada [\% owf]} = \frac{\{(\text{cantidad del tinte añadido [g]} - \text{cantidad del tinte residual [g]}) / \text{peso de la muestra [g]}\} \times 100}{15}$$

Como la cantidad teñida saturada en sí aumenta al aumentar la cantidad de grupos amino contenidos en la muestra, dicha cantidad se puede utilizar como patrón para determinar la cantidad de grupos amino en una muestra.

(4) *Solidez del color frente a la transpiración*

Se pusieron en agua un tinte reactivo Sutmifix Black ENS150 (fabricado por Sumitomo Chemical) (0,49 g) y ácido fórmico para preparar 120 ml de un baño tintóreo de pH 2,0. Una muestra (7,00 g) en la que el grupo carboxilo se había convertido en un tipo H se sumergió en un baño tintóreo y se sometió a un tratamiento de adsorción del tinte a 60°C durante 5 horas. Después de lavar la muestra resultante con agua, se sumergió en 210 ml de agua y se elevó la temperatura hasta 60°C. Después se añadió carbonato de sodio a la misma para hacer el pH 11 y seguidamente se sumergió a 60°C durante 1 hora. Después de eso, se efectuaron sucesivamente un aclarado con agua, un lavado con jabón, un aclarado con agua y un secado para preparar una muestra teñida. La muestra así preparada se sometió a un ensayo según la norma JIS L 0848 usando sudor artificial alcalino y el resultado se comparó con la muestra antes del ensayo usando una escala de gris para evaluar el cambio y la pérdida de color, que sirven para juzgar la solidez del color. Cuando la puntuación de la solidez frente a la transpiración es de 3 o más, el color será resistente en uso práctico.

(5) *Solidez del color frente al rozamiento en mojado*

Una muestra teñida de la misma manera que se ha descrito antes para evaluar la solidez del color frente a la transpiración se sometió a un ensayo en el que se usaba una máquina de frotamiento de tipo II según la norma JIS L 0849 y el grado de coloración de ropa de algodón blanca frente al frotamiento se juzgó usando una escala de manchas grises. Cuando la puntuación de la solidez del color frente al frotamiento es igual o mayor que 3, entonces es capaz de resistir el uso práctico.

(6) *Tintabilidad en tonos oscuros*

La tintabilidad de la muestra en tonos oscuros, es decir la capacidad de captar tinte de color oscuro, se evaluó a simple vista en una muestra teñida como se ha indicado antes para evaluar la solidez del color frente a la transpiración y se puntuó de acuerdo con la siguiente escala de tres valores. Cuando el resultado es “oo” u “o”, puede resistir el uso práctico.

oo: El color es oscuro y la puntuación del tinte es excelente.

o: Hubo un leve defecto dentro de un intervalo que hacía el producto aceptable.

×: La tinción no era suficiente y había graves defectos que no podían permitirse en un producto acabado.

(7) *Tintabilidad uniforme*

En una muestra teñida como se hizo para evaluar la solidez del color frente a la transpiración, se evaluó a simple vista la presencia de motas de tinte y se puntuó de acuerdo con la siguiente escala de tres valores. Cuando el resultado es “oo” u “o”, puede resistir el uso práctico.

oo: La tinción fue uniforme y su calidad fue excelente.

o: Hubo un leve defecto dentro de un intervalo que hacía el producto aceptable.

×: La tinción no fue uniforme y había graves defectos que no podían permitirse en un producto acabado.

ES 2 380 028 A1

Preparación de una fibra acrílica A

Un polímero de acrilonitrilo (cuya viscosidad intrínseca $[\eta]$ en dimetilformamida a 30°C era 1,2) (10 partes) que comprendía 90% de acrilonitrilo y 10% de acrilato de metilo se disolvió en 90 partes de una solución acuosa al 48% de rodanato de sodio y el gel resultante se sometió a hilado, lavado con agua, estirado, secado, tratamiento con calor húmedo, etc., de acuerdo con el método convencional para dar una fibra acrílica A de 0,9 dtex.

Preparación de una fibra acrílica B

Un polímero de acrilonitrilo (cuya viscosidad intrínseca $[\eta]$ en dimetilformamida a 30°C era 1,2) (10 partes) que comprendía 90% de acrilonitrilo y 10% de acetato de vinilo se disolvió en 90 partes de una solución acuosa al 48% de rodanato de sodio y el gel resultante se sometió a hilado, lavado con agua, estirado, secado, tratamiento con calor húmedo, etc., de acuerdo con el método convencional para dar una fibra acrílica B de 0,9 dtex.

Ejemplo 1

La fibra acrílica A se trató con una solución acuosa mixta que contenía 15% de hidrato de hidrazina y 3% de 3,3'-iminobis(propilamina) a 110°C durante 3 horas y se lavó con agua. Después se trató con ácido nítrico al 8% a 100°C durante 1 hora y se lavó con agua. Después de eso, se trató con una solución acuosa al 5% de hidróxido de sodio a 90°C durante 2 horas y luego se sometió a lavado con agua, deshidratación y secado para dar una fibra de acrilato reticulable teñible del ejemplo 1. Dicha fibra se evaluó para determinar la cantidad de grupos carboxilo, la tasa de absorción de humedad saturada, la cantidad teñida saturada, la solidez del color frente a la transpiración, la solidez del color frente al frotamiento en mojado, la tintabilidad en tonos oscuros y la tintabilidad uniforme. Los resultados se muestran en la tabla 1.

Ejemplo 2

La fibra acrílica A se trató con una solución acuosa al 15% de hidrato de hidrazina a 110°C durante 3 horas, se lavó con agua, se trató con una solución acuosa al 3% de 3,3'-iminobis(propilamina) a 110°C durante 3 horas y se lavó con agua. Después se trató con ácido nítrico al 8% a 100°C durante 1 hora y se lavó con agua. Después de eso, se trató con una solución acuosa al 5% de hidróxido de sodio a 90°C durante 2 horas y luego se sometió a lavado con agua, deshidratación y secado para dar una fibra de acrilato reticulable teñible del ejemplo 2. Los resultados de la evaluación se muestran en la tabla 1.

Ejemplo 3

La fibra acrílica A se trató con una solución acuosa al 15% de hidrato de hidrazina a 110°C durante 3 horas, se lavó con agua, se trató con una solución acuosa al 6% de 3,3'-iminobis(propilamina) a 110°C durante 3 horas y se lavó con agua. Después se trató con ácido nítrico al 8% a 100°C durante 1 hora y se lavó con agua. Después de eso, se trató con una solución acuosa al 5% de hidróxido de sodio a 90°C durante 2 horas y luego se sometió a lavado con agua, deshidratación y secado para dar una fibra de acrilato reticulable teñible del ejemplo 3. Los resultados de la evaluación se muestran en la tabla 1.

Ejemplo 4

La fibra acrílica A se trató con una solución acuosa al 3% de 3,3'-iminobis(propilamina) a 110°C durante 3 horas, se lavó con agua, se trató con una solución acuosa al 15% de hidrato de hidrazina a 110°C durante 3 horas y se lavó con agua. Después se trató con ácido nítrico al 8% a 100°C durante 1 hora y se lavó con agua. Después de eso, se trató con una solución acuosa al 5% de hidróxido de sodio a 90°C durante 2 horas y luego se sometió a lavado con agua, deshidratación y secado para dar una fibra de acrilato reticulable teñible del ejemplo 4. Los resultados de la evaluación se muestran en la tabla 1.

Ejemplo 5

Se llevó a cabo el mismo método que en el ejemplo 2, excepto que la 3,3'-iminobis(propilamina) se cambió por N-metil-3,3'-iminobis(propilamina) para dar una fibra de acrilato reticulable teñible del ejemplo 5. Los resultados de la evaluación se muestran en la tabla 1.

ES 2 380 028 A1

Ejemplo 6

5 Se llevó a cabo el mismo método que en el ejemplo 2, excepto que la 3,3'-iminobis(propilamina) se cambió por trietilentetramina para dar una fibra de acrilato reticulable teñible del ejemplo 6. Los resultados de la evaluación se muestran en la tabla 1.

Ejemplo 7

10 En el ejemplo 2, después del tratamiento con una solución acuosa de hidróxido de sodio y el lavado con agua, la fibra se trató además con una solución acuosa al 1% de dióxido de tiourea a 90°C durante 2 horas y se sometió a lavado con agua, deshidratación y secado para dar una fibra de acrilato reticulable teñible del ejemplo 7. Los resultados de la evaluación se muestran en la tabla 1.

15 Ejemplo 8

20 Se llevo a cabo el mismo método que en el ejemplo 2, excepto que la la fibra acrílica A se cambió por la fibra acrílica B para dar una fibra de acrilato reticulable teñible del ejemplo 8. Los resultados de la evaluación se muestran en la tabla 1.

Ejemplo 9

25 En el ejemplo 8, después del tratamiento con una solución acuosa de hidróxido de sodio y el lavado con agua, la fibra se trató además con una solución acuosa al 1% de dióxido de tiourea a 90°C durante 2 horas y se sometió a lavado con agua, deshidratación y secado para dar una fibra de acrilato reticulable teñible del ejemplo 9. Los resultados de la evaluación se muestran en la tabla 1.

30 Ejemplo comparativo 1

35 La fibra acrílica A se trató con una solución acuosa al 15% de hidrato de hidrazina a 110°C durante 3 horas y se lavó con agua. Después se trató con ácido nítrico al 8% a 100°C durante 1 hora y se lavó con agua. Después de eso, se trató con una solución acuosa al 5% de hidróxido de sodio a 90°C durante 2 horas y luego se sometió a lavado con agua, deshidratación y secado para dar una fibra de acrilato reticulable del ejemplo comparativo 1. Los resultados de la evaluación se muestran en la tabla 1.

40 Ejemplo comparativo 2

45 Se llevó a cabo el mismo método que en el ejemplo 2, excepto que la 3,3'-iminobis(propilamina) se cambió por n-butilamina para dar una fibra de acrilato reticulable del ejemplo comparativo 2. Los resultados de la evaluación se muestran en la tabla 1.

Ejemplo comparativo 3

50 La fibra acrílica A se trató con una solución acuosa al 15% de hidrato de hidrazina a 110°C durante 3 horas y se lavó con agua. Después se trató con ácido nítrico al 8% a 100°C durante 1 hora y se lavó con agua. Después de eso, se trató con una solución acuosa al 5% de hidróxido de sodio a 90°C durante 2 horas y se lavó con agua. Además, se trató con una solución acuosa al 3% de 3,3'-iminobis(propilamina) a 110°C durante 3 horas y luego se sometió a lavado con agua, deshidratación y secado para dar una fibra de acrilato reticulable del ejemplo comparativo 3. Los resultados de la evaluación se muestran en la tabla 1.

55

60

65

[Tabla 1]

	Ejemplo									Ejemplo comparativo		
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2	3
grupos carboxilo (mmol/g)	5,9	5,4	5,2	5,8	5,8	5,7	5,3	5,9	6,0	5,9	5,3	6,2
tasa de absorción de humedad saturada (%) a 20°C y 65% de HR	40	41	45	45	46	45	40	40	40	38	38	40
cantidad de tinción saturada (% owf)	12	20	40	12	18	12	22	18	20	4	5	6
solidez del color frente a la transpiración (puntuación)	4	4	4	4	4	3-4	4	4	4	4	4	3-4
solidez del color frente al frotamiento (puntuación)	4	4	4	3-4	4	4	4	4	4	4	4	3-4
tintabilidad en tono oscuro	0	00	00	0	00	0	00	00	00	x	x	x
tintabilidad uniforme	00	00	00	00	00	00	00	00	00	x	x	x
Resultado de la evaluación												

ES 2 380 028 A1

5 A partir de la tabla 1 será evidente que, en todos los ejemplos 1 a 9, se pudieron preparar fibras de acrilato reticulables teñibles con buenas características. Comparando los Ejemplos 1, 2 y 4 entre sí, se encontró que se podía preparar una fibra con mejores características tintóreas cuando el tratamiento con un compuesto orgánico que contenía grupos amino se efectuaba después del tratamiento con un compuesto hidrazínico. Comparando los ejemplos 2, 5 y 6 entre sí, se encontró que la cantidad de tinción saturada y la tintabilidad en tono oscuro eran altas en el caso de un compuesto orgánico amínico que contenía tres o más grupos amino en la molécula y que, además, tenía una estructura en la que el área entre los grupos amino está unida con un grupo alquileo que tiene tres o más carbonos, entendiéndose que el grupo amino se introducía de forma más eficiente si se empleaba un compuesto orgánico amínico con dicha estructura.

10 En los ejemplos comparativos 1 y 2, no se efectuó ningún tratamiento con un compuesto orgánico amínico con dos o más grupos amino primarios en la molécula y, en el ejemplo comparativo 3, se efectuó un tratamiento con un compuesto orgánico amínico después de un tratamiento de hidrólisis. Por consiguiente, en cualquiera de ellos, la cantidad de tinción saturada era baja y la tintabilidad en tono oscuro y la tintabilidad uniforme eran inferiores.

15

Aplicabilidad industria

20 La fibra de acrilato reticulable teñible de la presente invención se puede teñir uniformemente y en color oscuro y tener una solidez de color duradera en uso real mientras se mantienen las características específicas para una fibra de acrilato reticulable tal como las propiedades absorbentes/desorbentes de humedad, las propiedades exotérmicas tras la absorción de humedad, las propiedades antibacterianas o las propiedades desodorantes. Por lo tanto, la fibra de acrilato reticulable teñible de la presente invención se puede usar ampliamente en diversos campos tales como ropa de vestir, tejidos decorativos y materiales de construcción, en los que se demanda multifuncionalidad o alta funcionalidad.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

5 1. Una fibra de acrilato reticulable teñible, **caracterizada** por que la fibra se prepara sometiendo una fibra acrílica a un tratamiento con un compuesto hidrazínico y a un tratamiento con un compuesto orgánico amínico que tiene dos o más grupos amino primarios en la molécula y seguidamente a un tratamiento de hidrólisis.

10 2. La fibra de acrilato reticulable teñible según la reivindicación 1, en donde el compuesto orgánico amínico que tiene dos o más grupos amino primarios en la molécula tiene tres o más grupos amino en una molécula y tiene una estructura en la que el espacio entre los grupos amino está unido por un grupo alquileo que tiene tres o mas carbonos.

3. La fibra de acrilato reticulable teñible según la reivindicación 1, en donde el tratamiento con el compuesto orgánico amínico se lleva a cabo después del tratamiento con el compuesto hidrazínico.

15 4. Un método para fabricar una fibra de acrilato reticulable teñible, **caracterizado** por someter una fibra acrílica a un tratamiento con un compuesto hidrazínico y a un tratamiento con un compuesto orgánico amínico que tiene dos o más grupos amino primarios en una molécula y después someter el compuesto resultante a un tratamiento de hidrólisis.

20 5. Una fibra de acrilato reticulable teñida, **caracterizada** por que la fibra se prepara adsorbiendo un tinte reactivo sobre la fibra de acrilato reticulable teñible según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en condiciones ácidas y seguidamente haciendo que dicho tinte reaccione con los grupos amino de la fibra en condiciones alcalinas.

25

30

35

40

45

50

55

60

65



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②① N.º solicitud: 201090019

②② Fecha de presentación de la solicitud: 09.07.2008

③② Fecha de prioridad: **02-11-2007**

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤① Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	JP 2006070421 A (JAPAN EXLAN CO.) 16-03-2006, (resumen), World Patent Index [en línea]. Londres (Reino Unido): Derwent Publications Ltd. [recuperado el 19-04-2012]. Recuperado de: EPODOC, EPO, DW 200624, N° de acceso: 2006-225359	1-5
A	JP 2003278079 A (JAPAN EXLAN CO.) 02-10-2003, (resumen), World Patent Index [en línea]. Londres (Reino Unido): DERWENT PUBLICATIONS LTD. [recuperado el 19-04-2012]. Recuperado de: EPODOC, EPO, DW 200423, N° de acceso: 2004-241981	1-5
A	EP 1568818 A1 (J. B. MARTI) 31-08-2005, todo el documento	1-5

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones n°:

Fecha de realización del informe
23.04.2012

Examinador
E. Davila Muro

Página
1/4

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

D06M13/338 (2006.01)

D06M13/332 (2006.01)

D06M11/63 (2006.01)

D06P1/38 (2006.01)

D06P3/70 (2006.01)

D06M101/28 (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

D06P, D06M

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, PAJ, CAPLUS

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 23.04.2012

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 1-5	SI
	Reivindicaciones	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones 1-5	SI
	Reivindicaciones	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	JP 2006070421 A (JAPAN EXLAN CO.)	16.03.2006
D02	JP 2003278079 A (JAPAN EXLAN CO.)	02.10.2003
D03	EP 1568818 A1 (J. B. MARTI)	31.08.2005

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

La invención se refiere a una fibra de acrilato reticulable teñible que se prepara tratando la fibra acrílica con un compuesto hidrazínico y con un compuesto orgánico con dos o más grupos amino primarios en la molécula, seguido de hidrólisis del compuesto resultante. La invención también se refiere al método de obtención de la fibra, así como a la fibra teñida en condiciones ácidas.

El documento D01, considerado el estado de la técnica más próximo, es un resumen proporcionado por la base de datos WPI y en él se divulga un método para obtener una fibra de acrilato reticulable que se tiñe mediante absorción de un reactivo colorante en condiciones ácidas. La fibra de acrilato se obtiene por reticulación en una solución acuosa al 20% de hidrato de hidrazina a 98°C durante 5 horas, a continuación la fibra se lava con una solución acuosa de ácido nítrico al 3% a 90°C durante 2 horas y se somete a hidrólisis con una solución acuosa de hidróxido sódico a 90°C otras 2 horas. La fibra se tiñe por absorción del reactivo colorante en condiciones ácidas y se utiliza para fabricar tejidos.

El documento D02 también es un resumen proporcionado por la base de datos WPI y en él se divulga una fibra de acrilato teñible que se obtiene mediante reticulación en presencia de un compuesto hidrazínico y posterior hidrólisis en una solución acuosa de una sal de metal alcalino. De manera similar al anterior, la fibra teñida se utiliza para elaborar tejidos con distintas aplicaciones.

El documento D03 se refiere a una fibra de poliacrilato con aplicación para la fabricación de tejidos ignífugos, que se obtiene tratando una fibra de acrilato con una solución de hidrato de hidrazina a 105°C seguido de hidrólisis con una solución al 4% de hidróxido sódico a 90°C, neutralización con una solución de ácido sulfúrico al 5% y, por último, tratamiento con una solución de una sal metálica (acetato de zinc). La fibra se tiñe en condiciones ácidas con un colorante férrico.

Se considera que los documentos D01-D03 constituyen el estado de la técnica. Ninguno de estos documentos muestra la característica de tratar la fibra de acrilato reticulable con un compuesto amínico con dos o más grupos amino primarios adicionalmente al tratamiento con el compuesto hidrazínico, y de manera previa a la hidrólisis en condiciones básicas y a la etapa de teñido en condiciones ácidas.

En consecuencia, la invención recogida en las reivindicaciones 1-5 de la solicitud se considera que es nueva e implica actividad inventiva y aplicación industrial (arts. 6.1 y 8.1.LP/1986).