

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 397 083**

51 Int. Cl.:

D06P 3/24 (2006.01)

D06P 3/52 (2006.01)

D06P 1/00 (2006.01)

D06N 7/00 (2006.01)

D01F 1/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.02.2005 E 10181801 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.11.2012 EP 2281930**

54 Título: **Procedimiento para producir alfombras teñidas uniformemente y estables a la luz**

30 Prioridad:

25.02.2004 US 786685

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

04.03.2013

73 Titular/es:

**INVISTA TECHNOLOGIES S.À.R.L. (100.0%)
Zweigniederlassung St. Gallen Pestalozzistrasse
2
9000 St. Gallen, CH**

72 Inventor/es:

RAO, SUNDAR M.

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 397 083 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para producir alfombras teñidas uniformemente y estables a la luz

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a alfombras sobreteñidas altamente uniformes fabricadas a partir de polímero, y particularmente poliamida, fibras e hilos preparados con bajos niveles de pigmento de color incorporado. Las fibras y artículos muestran un elevado grado evidente de estabilidad del colorante frente a la luz en comparación con las fibras teñidas normales. De manera específica, la invención es aplicable a fibras e hilos fabricados a partir de poliamida apta para tinción normal y otros polímeros, y se puede producir casi cualquier matiz de color en un material textil que presenta una viveza mayor que la del color de base de los hilos y la fibra pigmentada inicial. La invención resulta de particular interés en el área de las alfombras.

Antecedentes de la invención

15 Las alfombras fabricadas a partir de hilos poliméricos, y en particular hilos de poliamida tales como nailon, constituyen elementos para la cubrición de suelos en aplicaciones residenciales y comerciales. Dichas alfombras son relativamente baratas y presentan una combinación deseable de calidades, tales como durabilidad, estética, comodidad, seguridad, calidez y suavidad. Además, dichas alfombras se encuentran disponibles en una amplia variedad de colores, patrones y texturas. Se prefieren los hilos poliméricos, en particular de poliamida, para la fabricación de alfombras debido a que se pueden teñir fácilmente con ácido u otros tipos de colorantes. Mientras que la tinción es el procedimiento más frecuente para obtener diferentes colores de alfombra, la estabilidad del color constituye una cuestión a tener en cuenta. La luz ultravioleta degrada el aspecto de la alfombra teñida. Los colorantes premetalizados pueden proporcionar artículos y alfombras teñidos que presentan una mejor estabilidad frente a la luz, pero estos colorantes son caros. De manera adicional, su estructura molecular de gran tamaño tiende a convertirlos en más sensibles a las pequeñas diferencias en el hilo, de manera que tienden a una tinción bastante menos uniforme que en el caso de los colorantes ácidos moleculares de "caballo de batalla". Los colorantes premetalizados también son bastante menos aceptables desde el punto de vista ambiental que los colorantes no metálicos, de forma que pueden presentar problemas de eliminación de residuos.

25 Durante mucho tiempo los pigmentos coloreados se han incorporado a las fibras que comprenden poliamida y otros hilos poliméricos para crear alfombras coloreadas duraderas que mantienen su color a pesar del uso ya que, a diferencia de la mayoría de las fibras teñidas, el color es incorporado a lo largo de toda la fibra.

30 Por ejemplo, tal y como se describe en las patentes de Estados Unidos N°1 5.108.684 y 5.830.572, ambas de Anton y col. ("Anton"), cuyas memorias descriptivas se incorporan en el presente documento por referencia de manera coherente con la presente divulgación, se añade el pigmento de TiO_2 de color blanco en pequeñas cantidades sobre hilo de nailon como agente de deslustrado para el nailon. De manera adicional, se pueden añadir pigmentos coloreados al copolímero en masa fundida antes del hilado y estirado para mejorar la resistencia del hilo a la degradación y la decoloración en luz ultravioleta. En Anton, las concentraciones de pigmento añadidas al copolímero fundido variaban de aproximadamente 5.900 ppm a aproximadamente 8.100 ppm. Anton divulga el modo en el que la mayoría de los pigmentos coloreados provocan dificultades durante la mezcla para dar lugar al copolímero y también durante las operaciones de hilado y estirado. En Anton, los materiales que confieren capacidad de tinción catiónica sobre el polímero, tales como sulfonatos aromáticos o sus sales de metales alcalinos, también se incorporan al hilo antes del hilado para dar lugar al polímero resistente a los colorantes ácidos. Los hilos fabricados de acuerdo con la invención de Anton resultan apropiados como resinas de nailon pigmentadas resistentes a manchas.

45 La patente de Estados Unidos N° 5.562.871 de Hoyt y col. ("Hoyt"), cuya divulgación se incorpora en el presente documento por referencia de manera coherente con la presente divulgación, divulga la incorporación de pigmentos de color junto con grupos SO_3H o sus sales de los mismos que resisten los colorantes aniónicos. Las fibras preparadas de acuerdo con la invención de Hoyt proporcionan fibras de poliamida resistentes a manchas. Hoyt divulga ejemplos que contienen aproximadamente 500 ppm de negro de carbono para proporcionar al hilo un color gris ligeramente pigmentado.

50 La patente de Estados Unidos N° 5.445.653 de Hixson y col. ("Hixson"), cuya divulgación se incorpora por referencia de manera coherente con la presente divulgación, divulga un procedimiento para teñir nailon, en particular nailon 66 y de tipo 6 apto para tinción catiónica y nailon de tipo 66 apto para tinción ligera, de manera que la fibra teñida resista la captación de colorante adicional. Los hilos fabricados de acuerdo con la invención de Hixson presentan un elevado grado de estabilidad frente al lavado y sangrado. Hixson aprecia que los hilos fabricados por medio de la incorporación de pigmento de color en el hilo dan lugar a la disponibilidad únicamente de unos pocos colores sólidos, lo que limita la creación de diseños.

55 La patente de Estados Unidos N° 5.066.308 de Yeh y col. ("Yeh"), cuya divulgación se incorpora por referencia de manera coherente en la presente divulgación, divulga la adición de un pigmento de color a hilos para la preparación de materiales textiles con patrón tales como alfombras. Se incorpora el pigmento suficiente al nailon antes de la extrusión durante el procedimiento de hilado de la fibra en masa fundida de manera que es posible detectar

visualmente el hilo pigmentado para proporcionar un buen identificador con el fin de distinguirlo de otros hilos durante el procedimiento de fabricación de los materiales textiles con patrón.

5 Las fibras pigmentadas con color de este tipo exhiben una coloración permanente que no se elimina por medio de lavado y son más resistentes a la degradación y a la decoloración bajo luz ultravioleta y exhiben una resistencia mejorada frente a sustancias químicas y vapores de óxido nitroso que en el caso de fibras teñidas. No obstante, el procedimiento de adición de los pigmentos a las fibras tiende a ser más caro que la tinción, especialmente a las elevadas concentraciones de pigmento necesarias para los colores vivos. Mientras que la fibra pigmentada ofrece ventajas de estabilidad del color, el número de colores requerido para satisfacer las preferencias del consumidor en el mercado es enorme y el coste de fabricación y el mantenimiento de los inventarios aumenta drásticamente a medida que aumenta el número de colores disponibles. Por tanto, las fibras pigmentadas de la técnica anterior no se adaptan bien para su uso en la producción eficaz de una amplia variedad de alfombras de colores sustancialmente uniformes.

15 Por tanto, un objetivo de la invención es proporcionar una alfombra que exhiba una durabilidad superior de fibras poliméricas pigmentadas, tal como fibra de poliamida (por ejemplo, nailon), junto con la calidad de aspecto, color, viveza del colorante y facilidad de fabricación con respecto a los actuales procedimientos de tinción.

Otro objetivo de la invención es el desarrollo de un nuevo procedimiento en el que se pueda sobreteñir fácilmente alfombras a base de polímeros, tales como poliamida (por ejemplo, nailon), con colorantes ácidos de "caballo de batalla", pero, al mismo tiempo, proporcionar un color mejorado y propiedades de estabilidad del colorante frente a la luz similares a las proporcionadas en los artículos fabricados con fibras pigmentadas.

20 **Sumario de la invención**

La invención proporciona un procedimiento para producir alfombras sobreteñidas a partir de hilos fabricados a partir de fibras basadas en polímeros usando colorantes ácidos de "caballo de batalla" al tiempo que se mejora el color y la estabilidad del colorante frente a la luz. El procedimiento comprende añadir cantidades relativamente bajas de pigmento de color total (de 10 a 1.000 ppm) al polímero o mezcla polimérica y preparar las fibras pigmentadas con color usando procedimientos convencionales de extrusión, hilado y estirado conocidos actualmente. Los artículos se pueden fabricar a partir de hilos ligeramente pigmentados y posteriormente se pueden sobreteñir. Se fabrica un material textil de pelo insertado a partir de hilo ligeramente pigmentado, que posteriormente se usa para la fabricación de alfombras, en las que el pelo insertado se ha sobreteñido hasta obtener un color sustancialmente uniforme.

30 Los alfombras preparadas a partir de los hilos ligeramente pigmentados que se sobreteñen son altamente uniformes y presentan un grado sorprendentemente elevado de estabilidad del colorante frente a la luz en comparación con los artículos sobreteñidos normales que no presentan pigmento de color. Preferentemente, se incorporan los pigmentos de color seleccionados de al menos dos de las tres familias de colores del sistema tricromático de color del colorante en las fibras pigmentadas con color. Preferentemente, las fibras pigmentadas con color y los hilos preparados a partir de las mismas presentan un puntuación L^* de aproximadamente 84 a 94. De manera opcional, se puede añadir pigmento negro a la fibra pigmentada para reducir más el valor de L^* .

También se describe un procedimiento para producir hilos sobreteñidos a partir de fibras basadas en polímero usando colorantes ácidos de "caballo de batalla" al tiempo que se mejora el color y la estabilidad del colorante frente a la luz mediante la adición de cantidades relativamente bajas de un pigmento de color total (de 10 a 1.000 ppm) al polímero o mezcla polimérica y preparando las fibras pigmentadas con color usando procedimientos convencionales de extrusión, hilado y estirado conocidos actualmente. Preferentemente, se incorporan los pigmentos de color seleccionados de al menos dos de las tres familias de color del sistema tricromático de color del colorante a las fibras pigmentadas. Las fibras fabricadas con dichos niveles bajos de pigmento de color presentan un valor de L^* de aproximadamente 70 a aproximadamente 94. Opcionalmente se puede añadir pigmento negro a la fibra pigmentada para reducir más el valor de L^* . También se divulgan artículos coloreados sustancialmente uniformes fabricados a partir de hilos sobreteñidos.

La sobretinción de estos artículos ligeramente pigmentados se puede llevar a cabo para conseguir casi cualquier color de viveza mayor que la fibra pigmentada de base o el hilo, de acuerdo con la invención. El color de sobretinción no se encuentra limitado a los colores de pigmento o familias de color tricromáticas de las fibras, aumentando más la versatilidad de las fibras e hilos fabricados de acuerdo con la invención.

Este efecto de estabilidad frente a la luz mejorada se puede observar para las poliamidas tanto aniónicas como catiónicas y mezclas y copolímeros. También se piensa que se observan efectos similares para las otras fibras poliméricas, tales como las fabricadas a partir de poli(ácido láctico) y sus mezclas y copolímeros.

Descripción detallada de la invención

55 El procedimiento de la invención en cuestión comprende el hilado de fibras poliméricas pigmentadas con color, o filamentos, que presentan concentraciones de pigmento de color bajas (10-1.000 ppm), en peso del filamento, preferentemente de aproximadamente 25 a aproximadamente 600 ppm, formando hilos ligeramente pigmentados

5 sustancialmente homogéneos a partir de las fibras pigmentadas con color, y fabricando materiales textiles a partir de los hilos ligeramente pigmentados para su uso en alfombras. Las fibras ligeramente pigmentadas y los hilos fabricados a partir de esas fibras, presentan una puntuación de L^* de aproximadamente 84 a aproximadamente 94, preferentemente de aproximadamente 84 a aproximadamente 90. Si la fibra también contiene TiO_2 de pigmento que no contiene color, el valor de L^* podría ser tan elevado como de 94.

Se pueden usar hilos que comprenden las fibras pigmentadas con color para formar un material textil con pelo insertado que después se sobreteñe antes de preparar la alfombra, para preparar el material textil con pelo insertado 1 sobreteñido. Los procedimientos de coloración del hilo bien conocidos en la industria, como tinción de madejas y tinción espacial se pueden usar para sobreteñir el hilo.

10 Las alfombras resultantes muestran una mejora significativa de la estabilidad frente a la luz, medida por medio de exposición a xenón, en comparación con las alfombras preparadas por medio de tinción de un hilo de color blanco hasta obtener sustancialmente el mismo color. Se puede usar el procedimiento de la invención para producir un tejido sobreteñido de casi cualquier color que se puede lograr en el sistema tricromático de color del colorante por medio del uso de colorantes, bien por medio de sobretinción del hilo fabricado a partir de la fibra pigmentada con color o mediante la preparación de un artículo usando un hilo ligeramente pigmentado con color más suave que el artículo final. El procedimiento de la invención resulta especialmente útil para preparar artículos de matices suaves de color, por ejemplo el color beis. Además, se pueden usar los hilos ligeramente pigmentados para producir materiales textiles para su uso en la fabricación de cualquier tipo de artículo en el que resulta deseable la estabilidad frente a la luz, específicamente alfombras.

20 Cuando la fibra comprende nailon, este procedimiento de la presente invención se denomina "Nailon teñido en solución apto para sobreteñido" u OSDN. Polímeros preferidos incluyen poliamidas en general, y nailon en particular, que incluyen nailon 6, nailon 66, nailon 4, 6, nailon 6, 12 y sus mezclas y copolímeros. Se prevé que otras fibras poliméricas que comprenden poli(ácido láctico), y sus mezclas y copolímeros, también se beneficiarían de la presente invención a través de la incorporación del pigmento en la fibra y, posteriormente, por medio de sobretinción con colorantes dispersos bien de un hilo preparado a partir de la fibra pigmentada con color o bien de un artículo fabricado con un hilo que comprende la fibra pigmentada con color.

25 La invención también se puede usar junto con fibras aptas para tinción catiónica en primer lugar mediante la incorporación de pigmentos de color en las fibras y posteriormente mediante sobretinción con colorantes catiónicos ("cat"). Normalmente, los colorantes cat tienen una mala estabilidad y la invención convertirá a la fibra en más resistente a la decoloración si se usan colorantes cat. También permite la tinción de fibras catiónicas con colorantes ácidos, pre-met, reactivos o de tina, incluyendo tinción a pH bajo cuando sea necesaria, y mejorará las propiedades de estabilidad de la fibra teñida.

30 Un pigmento de color se define como un pigmento seleccionado de una de las tres familias del sistema tricromático de color del colorante (azules, amarillos, rojos) que se puede añadir a la fibra polimérica en una cantidad eficaz para reducir el valor L^* de la fibra con respecto a la fibra pigmentada que no contiene color. Los pigmentos de color preferidos son estables frente a la luz (estabilidad del color). Como apreciarán los expertos familiarizados con la técnica, el sistema tricromático de color es ampliamente llevado a la práctica en la industria de la tinción de fibras. En la presente invención, los pigmentos de color pertenecen al presente sistema de color de azules, rojos y amarillos.

40 Los pigmentos de color apropiados incluyen, pero sin limitarse a ellos, los siguientes pigmentos de color, como se pueden encontrar en las familias del sistema tricromático de colorante:

Rojos: Pigmento Rojo 60, Pigmento Rojo 63, Pigmento Rojo 80, Pigmento Rojo 66, Pigmento Rojo 67, Pigmento Rojo 81, Pigmento Rojo 68, Pigmento Rojo 73, Pigmento Rojo 83.

Amarillos: Pigmento Amarillo 65, Pigmento Amarillo 82, Pigmento Amarillo 85, Pigmento Amarillo 87.

45 Azules: Pigmento Azul 61, Pigmento Azul 69, Pigmento Azul 74, Pigmento Azul 78.

Habitualmente se añade a los hilos de poliamida TiO_2 en las formas de anatasa y rutilo, un pigmento de color blanco, como deslustrante. TiO_2 aumenta L^* (una medida de la claridad u oscuridad medida con un espectrofotómetro) de la blancura de la fibra. El TiO_2 tiende a presentar un efecto negativo sobre la resistencia frente a luz UV y, por tanto, debería minimizarse. Si hay TiO_2 presente en la fibra y se pretende teñir la fibra, ésta debería prepararse con pigmentos de color incorporados, en una cantidad suficiente para solucionar los efectos negativos sobre la estabilidad de la fibra sobreteñida frente a la luz debida al TiO_2 . Los expertos en la técnica serán capaces de determinar la carga apropiada de pigmento de color para solucionar cualquier efecto negativo que el TiO_2 pueda presentar sobre la estabilidad frente a la luz usando procedimientos de ensayo conocidos y usados actualmente para medir la estabilidad frente a la luz, por ejemplo por medio de la medición de delta E con un espectrofotómetro tras la exposición de los substratos con arco de xenón. La carga total de pigmento de color de aproximadamente 10 ppm a aproximadamente 1.000 ppm, y, preferentemente, de aproximadamente 25 ppm a aproximadamente 600 ppm, no incluye la carga de TiO_2 .

5 Las fibras pigmentadas preparadas de este modo presentan una puntuación de L* de aproximadamente 94 a aproximadamente 70 (preferentemente de aproximadamente 90 a aproximadamente 84) de manera que se puede llevar a cabo la sobretinción para conseguir, de forma práctica, cualquier color usando colorantes ácidos estándar en el sistema tricromático de color del colorante (colorantes amarillos, rojos y azules). La sobretinción puede dar como resultado que el valor L* se reduzca en simplemente 1 unidad con respecto al de las fibras pigmentadas con color antes de la sobretinción. El color de la fibra varía desde próximo a blanco hasta gris, dependiendo del nivel de pigmento de color usado. No obstante, el intervalo de color preferido es desde blanco crudo hasta beis amarillo o rojo-beis, de manera que la sobretinción se puede llevar a cabo para lograr de forma práctica cualquier color usando la misma fibra pigmentada de base.

10 Se han observado resultados preferidos cuando los pigmentos de color están seleccionados entre al menos dos de las familias del sistema tricromático de color del colorante, de manera que la carga total de pigmento de color es de aproximadamente 10 a aproximadamente 1.000 ppm. Opcionalmente se puede añadir pigmento negro para reducir más el valor L*. Pigmentos negros adecuados incluyen, entre otros, pigmento negro 64 y pigmento negro 72. La inclusión del pigmento negro se llevará a la práctica además de los pigmentos de color seleccionados de al menos dos de las familias de color del sistema tricromático de color del colorante y la cantidad de la carga del pigmento negro se considerará como parte de la carga total del pigmento de color.

15 Se ha encontrado que cantidades relativamente pequeñas de determinados pigmentos de color en la fibra polimérica, y en el hilo fabricado a partir de esa fibra, mejoran sustancialmente las propiedades de estabilidad del colorante frente a la luz de las alfombras sobreteñidas fabricadas a partir de esos hilos, estabilizando de manera eficaz el color del colorante. Por ejemplo, normalmente para alfombras comerciales, se usan pigmentos de 2.000 a 10.000 ppm en hilos pigmentados. En la invención, la incorporación de una cantidad mucho menor de pigmento de color en la fibra, tan reducida como de 50 ppm de pigmento total con color, ha proporcionado una mejora significativa de la estabilidad frente a la luz, medida por medio de delta E en un espectrofotómetro tras exposición de los substratos sobreteñidos a arco de xenón, de una alfombra teñida, teñida con ácido, usando fibras no pigmentadas.

20 Es posible teñir alfombras de prácticamente cualquier color por medio de sobretinción, independientemente del color de la fibra pigmentada subyacente.

25 Los materiales textiles de pelo insertado se preparan a partir de hilos que comprenden las fibras pigmentadas con color, que se sobreteñen y después se usan para fabricar alfombras de color sustancialmente uniforme. De este modo, es posible reducir las materias primas de inventario ya que se puede preparar de manera práctica cualquier artículo sustancialmente uniforme usando un hilo común fabricado a partir de fibra pigmentada, en la cual el hilo no se ha sobreteñido antes de la incorporación en el material textil de pelo insertado.

30 El procedimiento de la invención también proporciona una reducción menor de los costes de tinción con el fin de obtener determinados colores en las alfombras, de manera que se obtienen más fácilmente uniformidad y viveza del color.

35 Los pigmentos se pueden incorporar a la fibra de varias formas que incluyen: adición de concentrado de lote maestro en la garganta del dispositivo de extrusión, homogeneización de mezclas de polímero/concentrado y extrusión, inyección de pigmentos/concentrados de color en masa fundida dispersados en un vehículo líquido en el dispositivo de extrusión o en la línea de transferencia del polímero en masa fundida. Se deberían usar dispositivos de mezcla apropiados como se conoce en la técnica para garantizar la uniformidad de coloración.

40 Se puede fabricar la fibra ligeramente pigmentada y el hilo de acuerdo con procedimientos convencionales de fusión, hilado y estirado, conocidos actualmente, y usando el equipamiento de uso habitual hoy en día o desarrollado posteriormente en la producción de poliamida, ácido poliláctico y fibra de poliéster e hilo. Debido a la reducida carga de los pigmentos, el procedimiento de hilado no presenta dificultad adicional con respecto al hilado de la fibra no pigmentada. Las cargas de pigmento de color divulgadas no exhiben efectos negativos sobre las operaciones de mezcla, hilado y estirado, como se ha observado a niveles más elevados de carga de pigmento.

45 Los colorantes que se pueden usar junto con la invención para sobreteñir los hilos pigmentados incluyen colorantes ácidos, colorantes pre-metalizados, colorantes dispersos, colorantes de tina, colorantes cat y colorantes reactivos. Los procedimientos de colorante pueden emplear una amplia variedad de pH durante la tinción incluyendo la tinción a pH bajo. También se puede llevar a cabo el procedimiento de la invención y proporcionar un efecto beneficioso para el pre-metalizado de colorantes, que son de naturaleza esencialmente ácida.

50 La invención se describirá con más detalle junto con los siguientes ejemplos no limitantes.

Ejemplo 1

Serie de ensayos MR-07-03 (TiO₂ al 0,1 %, colorantes ácidos)

55 Se sometieron a hilado hilos de 1106 dTex (995 denier), en polímero de Nailon 66, mediante la adición de TiO₂ al 0,1 % en forma de concentrado de lote maestro en la garganta de alimentación de un dispositivo de extrusión de doble

husillo. El procedimiento de hilado fue un procedimiento estándar BCF acoplado (punto MR-07-03-01). Se prepararon hilos de ensayo por medio del mismo procedimiento, exceptuando que se añadieron concentrados de pigmento de color adicionales en la garganta del dispositivo de extrusión, además del TiO₂ al 0,1 % como en el control. La Tabla 1 muestra las concentraciones de pigmento de color en la fibra de ensayo (MR-07-03-01):

5

TABLA 1

| Pigmento de color | ppm en la fibra |
|-------------------|-----------------|
| Rojo 63 | 45 |
| Amarillo 65 | 112 |
| Negro 72 | 4 |
| TOTAL | 161 |

Con un espectrofotómetro se midió el valor de L* del enrollamiento del soporte del hilo fabricado a partir de la fibra de ensayo y fue de 88,5.

10

Con ambos hilos se fabricaron 2 calcetines tricotados con pliegue. Se termofijaron los calcetines tricotados en un procedimiento de termofijación Superba™ a 129,4 °C (265 °F). Se tiñó el calcetín tricotado control con un color beis usando colorantes ácidos (Amarillo CGRL, Rojo 2B y Azul BAR) en baños de colorante AHIBA™. El calcetín tricotado con hilo de ensayo también se sometió a tinción hasta aproximadamente el mismo color, usando los mismos colorantes, pero se ajustó la cantidad de colorante de manera que el color del calcetín de hilo de ensayo se ajustara sustancialmente al color del calcetín tricotado con hilo de control teñido. El ajuste de color se obtuvo midiendo los colores usando un espectrofotómetro y minimizando el valor de delta E a menos de 1,0.

15

Posteriormente se cortaron los calcetines tricotados en piezas más pequeñas y se expusieron a un intemperímetro de arco de xenón ATLAS™. Se sacaron trascurridas 60, 80 y 200 horas de exposición y se midieron los valores de L, a, b y delta E usando un espectrofotómetro manual MINOLTA™. La Tabla 2 siguiente proporciona el cambio de color entre la muestra no expuesta y la muestra expuesta en términos de delta E:

TABLA 2

| Tiempo de exposición a xenón (horas) | delta E MR - 07 - 03 -07A (invención) | delta E MR-07-03-01 (control) |
|--------------------------------------|---------------------------------------|-------------------------------|
| 0 | 0,0 | 0,0 |
| 60 | 0,79 | 1,19 |
| 80 | 1,05 | 1,59 |
| 200 | 1,92 | 4,42 |

20

El calcetín tricotado de hilo de ensayo mantuvo mejor su color teñido (o delta E fue mucho menor) con el tiempo tras la exposición a xenón en comparación con el calcetín tricotado de hilo de control.

Ejemplo 2

Serie de ensayos MR-09-03 (TiO₂ al 0,3 %, colorantes ácidos y colorantes premetalizados)

25

Se hilaron hilos de 1106 dTex (995 denier) en polímero de Nailon 66 mediante la adición de TiO₂ al 0,3 % en forma de concentrado de lote maestro en la garganta de alimentación de un dispositivo de extrusión de doble husillo. El procedimiento de hilado fue un procedimiento estándar BCF acoplado (punto MR-09-03-01). Se prepararon hilos de ensayo por medio del mismo procedimiento, exceptuando que se añadieron concentrados de pigmento de color adicionales en la garganta del dispositivo de extrusión, además de TiO₂ al 0,3 % como en el control. La Tabla 3 muestra las concentraciones de pigmento de color en la fibra de ensayo (MR-09-03-03):

30

TABLA 3

| Pigmento de color | ppm en la fibra |
|-------------------|-----------------|
| Rojo 63 | 45 |
| Amarillo 65 | 112 |
| Azul 69 | 45 |
| TOTAL | 202 |

Con un espectrofotómetro se midió el valor de L* del enrollamiento del soporte del hilo fabricado a partir de la fibra de ensayo y fue de 89,60 usando un espectrofotómetro.

5 Se fabricaron con los hilos 2 calcetines tricotados con pliegue. Se termofijaron los calcetines tricotados en un procedimiento de termofijación Superba™ a 129,4 °C (265 °F). Se tiñó el calcetín tricotado control con un color beis usando colorantes ácidos (Amarillo CGRL, Rojo 2B y Azul BAR) en baños de colorante AHIBA™ (MR-09-03-01A). El calcetín tricotado con hilo de ensayo también se sometió a tinción hasta aproximadamente el mismo color, usando los mismos colorantes, pero se ajustó la cantidad de colorante de manera que el color del calcetín de hilo de ensayo se ajustara sustancialmente al color del calcetín tricotado con hilo de control teñido (MR-09-03-03A). El ajuste de color se obtuvo midiendo los colores usando un espectrofotómetro y minimizando el valor de delta E a menos de 1,0.

10 Posteriormente se cortaron los calcetines tricotados en piezas más pequeñas y se expusieron a un intemperímetro de arco de Xenón ATLAS™. Se sacaron trascurridas 40, 60, 80 y 200 horas de exposición y se midieron los valores de L, a, b y delta E usando un espectrofotómetro manual MINOLTA™. La Tabla 4 siguiente los resultados de delta E entre la muestra no expuesta y la muestra expuesta:

TABLA 4

| Tiempo de exposición a xenón (horas) | delta E MR - 09 - 03 -03A (invención) | delta E MR-09-03-01A (control) |
|--------------------------------------|---------------------------------------|--------------------------------|
| 0 | 0,0 | 0,0 |
| 40 | 0,90 | 1,47 |
| 60 | 1,82 | 1,73 |
| 80 | 2,23 | 2,66 |
| 200 | 3,10 | 4,70 |

El calcetín tricotado de hilo de ensayo mantuvo mejor su color teñido (o delta E fue mucho menor) con el tiempo tras la exposición a xenón en comparación con el calcetín tricotado de hilo de control.

15 Se requiere menos colorante sobre la fibra ligeramente pigmentada para los calcetines con hilos de ensayo con el fin de llevar a cabo el ajuste al mismo color final teñido, medido por medio de las cantidades de colorante usado para preparar colores beis comparables en los calcetines tricotados con hilo de control y de ensayo, como puede verse en la Tabla 5:

TABLA 5

| Colorante | Cantidad de colorante (en peso) MR-09-03-03A (invención) | Cantidad de colorante (en peso) MR-09-03-01A (control) |
|-----------|--|--|
| CGRL | 0,010063 % | 0,010063 % |
| Rojo 2B | 0,00025 % | 0,00136 % |
| BAR | 0,00025 % | 0,00198 % |

20 Se repitieron los experimentos con colorantes premetalizados, tanto con los calcetines tricotados con hilo control (MR-09-03-01B) como con hilo de ensayo (MR-09-03-03B) teñidos hasta sustancialmente el mismo color beis con colorantes premetalizados tras la termofijación en un procedimiento de SUPERBA™ a 129,4 (265 °F). La Tabla 6 siguiente muestra los resultados de delta E tras la exposición a xenón entre la muestra no expuesta y la muestra expuesta:

25 TABLA 6

| Tiempo de exposición a xenón (horas) | delta E MR - 09 - 03 -03B (invención) | delta E MR-09-03-01B (control) |
|--------------------------------------|---------------------------------------|--------------------------------|
| 0 | 0,0 | 0,0 |
| 40 | 1,20 | 0,86 |
| 60 | 1,74 | 1,46 |
| 80 | 1,57 | 2,09 |
| 200 | 1,85 | 3,62 |

La invención proporciona beneficios adicionales incluso cuando se usan colorantes premetalizados, que son bien conocidos y se usan de manera rutinaria por sus mejoras en la estabilidad a la luz en la industria de la tinción. Esto resulta evidente tras muchas horas de exposición.

Ejemplo 3

30 Serie de ensayos MR-08-03 (TiO₂ al 0,3 %, colorantes ácidos, intervalo continuo de alfombra aterciopelada teñida de color beis)

ES 2 397 083 T3

Se hilaron hilos de 995 denier de Nailon 66 con TiO₂ al 0,3 % por medio de un procedimiento estándar BCF acoplado (elemento MR-08-03-01). Se prepararon hilos de ensayo por medio del mismo procedimiento, exceptuando que se añadieron concentrados de pigmento de color adicionales en la garganta del dispositivo de extrusión. La Tabla 7 muestra las concentraciones de pigmento de color en la fibra de ensayo (MR-08-03-22):

5

TABLA 7

| Pigmento de color | ppm en la fibra |
|-------------------|-----------------|
| Rojo 63 | 22 |
| Amarillo 65 | 22 |
| Azul 74 | 11 |
| TOTAL | 55 |

Además de los pigmentos de color anteriores, la presente fibra de ensayo también contenía TiO₂ al 0,3 %, el mismo que el elemento de control MR-08-03-01. Usando un espectrofotómetro se midió el valor de L* del enrollamiento del soporte preparado a partir de la presente fibra de ensayo fue de 93,19.

10

Se trenzaron los hilos en forma de cable en 1,8 giros por centímetro (4,5 giros por pulgada (2,54 cm)), se termofijaron con Superba™ a 129,4 °C (265 °F) y, posteriormente, se insertaron en alfombras aterciopeladas de calibre 1/8, altura de terciopelo de 1,6 cm (5/8") y peso de 0,91 kg (32 onzas). Se sometieron las alfombras a tinción de forma continua con colorantes ácidos (CGRL, Rojo 2B y Azul BAR) hasta obtener un color beis similar. Posteriormente se cortaron piezas de alfombra en trozos más pequeños y se expusieron a un intemperímetro de arco de xenón ATLAS™. Se sacaron trascurridas 40, 60, 80, 120, 160 y 200 horas de exposición y se midieron los valores de L, a, b y delta E usando un espectrofotómetro manual MINOLTA™. La Tabla 8 siguiente presenta los resultados de delta E entre la muestra no expuesta y la muestra expuesta.

15

TABLA 8

| Tiempo de exposición a xenón (horas) | delta E MR - 08 - 03 -22 (invención) | delta E MR-08-03-01 (control) |
|--------------------------------------|--------------------------------------|-------------------------------|
| 0 | 0,0 | 0,0 |
| 40 | 1,02 | 1,75 |
| 60 | 1,77 | 2,25 |
| 80 | 2,26 | 2,83 |
| 120 | 3,46 | 4,53 |
| 160 | 4,99 | 6,47 |
| 200 | 6,18 | 6,70 |

Los resultados muestran que la alfombra de ensayo mantenía mejor su color teñido (o delta E fue menor) con el tiempo tras la exposición a xenón en comparación con la alfombra de control.

20 Ejemplo 4

Serie de ensayos MR-10-03 (sin TiO₂, o brillantes, colorantes ácidos, intervalo continuo de alfombra aterciopelada teñida hasta un color nominal beis, con pigmento negro)

25

Se hilaron hilos brillantes de 1339 dTex (1205 denier) (0 % de TiO₂) en Nailon 66 por medio de un procedimiento estándar de BCF acoplado (punto MR-10-03-01). Se prepararon hilos de ensayo por medio del mismo procedimiento, exceptuando que se añadieron concentrados de pigmento adicionales a la garganta del dispositivo de extrusión. La Tabla 9 muestra las concentraciones de pigmento en la fibra de ensayo (MR-10-03-13).

TABLA 9

| Pigmento de color | ppm en la fibra |
|-------------------|-----------------|
| Rojo 63 | 20 |
| Amarillo 65 | 374 |
| Azul 74 | 76 |
| Azul 72 | 24 |
| TOTAL | 494 |

Usando un espectrofotómetro se midió el valor de L* del enrollamiento del soporte preparado a partir de la presente

fibra de ensayo y fue de 84,26 .

Se trenzaron los hilos en forma de cable en 1,8 giros por centímetro (4,5 giros por pulgada), se termo-fijaron con un Superba™ a 129,4 °C (265 °F), y posteriormente se insertaron en alfombras aterciopeladas de calibre 1/8, altura de terciopelo de 1,6 cm (5/8") y peso de 0,91 kg (32 onzas). Se sometieron las alfombras fabricadas a partir de hilos de MR-10-03-13 y MR-10-03-01 a tinción de forma continua con colorantes ácidos (CGRL, Rojo 2B y Azul BAR) hasta obtener un color beis similar y se lavaron las alfombras y se secaron. Posteriormente se cortaron piezas de alfombra en trozos más pequeños y se expusieron a un intemperímetro de arco de xenón ATLAS™. Se sacaron trascurridas 40, 60, 80 y 200 horas de exposición y se midieron los valores de L, a, b y delta E usando un espectrofotómetro manual MINOLTA™. La Tabla 10 siguiente presenta los resultados de delta E entre la muestra no expuesta y la muestra expuesta.

TABLA 10

| Tiempo de exposición a xenón (horas) | delta E MR - 10 - 03 -13 (invención) | delta E MR-10-03-01 (control) |
|--------------------------------------|--------------------------------------|-------------------------------|
| 0 | 0,0 | 0,0 |
| 40 | 1,33 | 2,23 |
| 60 | 1,67 | 3,38 |
| 80 | 1,45 | 5,60 |
| 200 | 2,37 | 12,38 |

Los resultados muestran que la alfombra de ensayo MR-10-03-13 mantuvo mejor su color teñido (o delta de E fue mucho menor) con el tiempo tras la exposición a xenón en comparación con la alfombra de control MR-10-03-01.

Ejemplo 5

15 Serie de ensayos MR-10-03 (sin TiO₂, o brillantes, colorantes ácidos, intervalo continuo de alfombra aterciopelada teñida hasta un color nominal gris acero medio)

Se hilaron hilos brillantes de 1339dTex (1205 denier) (TiO₂ al 0 %) en Nailon 66 por medio de un procedimiento estándar de BCF acoplado (punto MR-10-03-01).

20 Se prepararon hilos de ensayo por medio del mismo procedimiento, exceptuando que se añadieron concentrados de pigmento de color adicionales a la garganta del dispositivo de extrusión. La Tabla 11 muestra las concentraciones de pigmento de color en la fibra de ensayo (MR-10-03-18).

TABLA 11

| Pigmento de color | ppm en la fibra |
|-------------------|-----------------|
| Rojo 63 | 12 |
| Amarillo 65 | 374 |
| Azul 74 | 76 |
| TOTAL | 462 |

Usando un espectrofotómetro se midió el valor de L* del enrollamiento del soporte preparado a partir del presente hilo de de ensayo y fue de 87,07.

25 Se trenzaron los hilos en forma de cable en 1,8 giros por centímetro (4,5 giros por pulgada (2,54 cm)), se termofijaron con un Superba™ a 129,4 °C (265 °F), y posteriormente se insertaron en alfombras aterciopeladas de calibre 1/8, altura de terciopelo de 1,6 cm (5/8") y peso de 0,91 kg (32 onzas). Se sometieron las alfombras fabricadas a partir de hilos de MR-10-03-18 y MR-10-03-01 a tinción de forma continua con colorantes ácidos (CGRL, Rojo 2B y Azul BAR) hasta obtener un color gris acero medio similar y las alfombras se lavaron y se secaron. Posteriormente se cortaron piezas de alfombra en trozos más pequeños y se expusieron a un intemperímetro de arco de xenón ATLAS™. Se sacaron trascurridas 60, 80 y 200 horas de exposición y se midieron los valores de L, a, b y delta E usando un espectrofotómetro manual MINOLTA™. La Tabla 12 siguiente presenta los resultados de delta E entre la muestra no expuesta y la muestra expuesta.

TABLA 12

| Tiempo de exposición a xenón (horas) | delta E MR - 10 - 03 -18 (invención) | delta E MR-10-03-018 (control) |
|--------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------|
| 0 | 0,0 | 0,0 |
| 60 | 3,71 | 3,77 |

ES 2 397 083 T3

| | | |
|-----|------|-------|
| 80 | 4,36 | 4,85 |
| 200 | 9,05 | 11,93 |

Los resultados muestran que la alfombra de ensayo MR-10-03-18 mantuvo mejor su color teñido (o delta de E fue mucho menor) con el tiempo tras la exposición a xenón en comparación con la alfombra de control MR-10-03-01.

Ejemplo 6

5 Serie de ensayos MR-10-03 (sin TiO₂, o brillantes, colorantes ácidos, intervalo continuo de alfombra aterciopelada teñida hasta un color nominal beis)

Se hilaron hilos brillantes de 1339 dTex (1205 denier) (TiO₂ de 0 %) en Nailon 66 por medio de un procedimiento estándar de BCF acoplado (punto MR-10-03-01).

10 Se prepararon hilos de ensayo por medio del mismo procedimiento, exceptuando que se añadieron concentrados de pigmento de color adicionales a la garganta del dispositivo de extrusión. La Tabla 13 muestra las concentraciones de pigmento de color en la fibra de ensayo (MR-10-03-18).

TABLA 13

| Pigmento de color | ppm en la fibra |
|-------------------|-----------------|
| Rojo 63 | 12 |
| Amarillo 65 | 374 |
| Azul 74 | 76 |
| TOTAL | 462 |

Usando un espectrofotómetro se midió el valor de L* del enrollamiento del soporte preparado a partir del presente hilo de de ensayo y fue de 87,07.

15 Se preparó otro hilo de ensayo (MR-10-03-01) por medio del mismo procedimiento, exceptuando que se añadieron concentrados de pigmento de color adicionales a la garganta del dispositivo de extrusión para preparar el color final de fibra próximo a los colores teñidos de los elementos MR-10-03-01 y MR-10-03-18. El presente elemento (MR-10-03-01) no se teñió. La Tabla 14 presenta las concentraciones de pigmento en la fibra de ensayo (MR-10-03-11):

TABLA 14

| Pigmento de color | ppm en la fibra |
|-------------------|-----------------|
| Rojo 63 | 40 |
| Amarillo 65 | 500 |
| Azul 74 | 76 |
| Azul 72 | 24 |
| TOTAL | 640 |

20 Usando un espectrofotómetro se midió el valor de L* del enrollamiento del soporte preparado a partir del presente hilo de de ensayo y fue de 84,14.

25 Se trenzaron los hilos en forma de cable en 1,8 giros por centímetro (4,5 giros por pulgada (2,54 cm)), se termofijaron con Superba™ a 129,4 °C (265 °F), y posteriormente se insertaron en alfombras aterciopeladas de calibre 1/8, altura de terciopelo de 1,6 cm (5/8) y peso de 0,91 (32 onzas). Se sometieron las alfombras fabricadas a partir de hilos de MR-10-03-18 y MR-10-03-01 a tinción de forma continua con colorantes ácidos (CGRL, Rojo 2B y Azul BAR) hasta obtener un color beis similar y se lavaron las alfombras y se secaron. La alfombra preparada a partir de MR-10-03-01 no se secó ni se trató en modo alguno. Posteriormente se cortaron piezas de alfombra en trozos más pequeños y se expusieron a un intemperímetro de arco de xenón ATLAS™. Se sacaron trascurridas 40, 60, 80 y 200 horas de exposición y se midieron los valores de L, a, b y delta E usando un espectrofotómetro manual MINOLTA™. La Tabla 15 siguiente presenta los resultados de delta E:

30 style="text-align: center;">TABLA 15

| Tiempo de exposición a xenón (horas) | delta E MR - 10 - 03 -18 (invención) | delta E MR - 10 - 03 -01 (Control) | delta E MR-10-03-11 (sin colorante) |
|--------------------------------------|--------------------------------------|------------------------------------|-------------------------------------|
| 0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 |

ES 2 397 083 T3

| | | | |
|-----|------|-------|------|
| 40 | 2,15 | 2,23 | 0,40 |
| 60 | 2,77 | 3,38 | 0,77 |
| 80 | 3,45 | 5,60 | 1,32 |
| 200 | 5,74 | 12,38 | 1,52 |

Los resultados muestran que la alfombra de ensayo MR-10-03-18 mantuvo mejor su color teñido (o delta E fue mucho menor) con el tiempo tras la exposición a xenón en comparación con la alfombra de control MR-10-03-01. La alfombra MR-10-03-11 fabricada únicamente con pigmentos pero no teñida mostró un comportamiento mejor.

- 5 Se han presentado los ejemplos anteriores únicamente con fines ilustrativos y descriptivos y no deben interpretarse como limitantes del alcance de la invención en modo alguno. El alcance de la invención viene determinado por las reivindicaciones adjuntas a los mismos.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de producir una alfombra estable a la luz y reñida de forma uniforme, que comprende:
 - 5 hilar por extrusión una pluralidad de filamentos poliméricos pigmentados que comprenden pigmentos de color, en el que los pigmentos de color comprenden al menos dos pigmentos seleccionados entre al menos dos de las tres familias del sistema tricromático de color del colorante, comprendiendo el sistema tricromático de color del colorante colorantes azules, rojos y amarillos, de modo que los filamentos pigmentados comprenden un valor L* de aproximadamente 84 a aproximadamente 94;
 - 10 formar hilos sustancialmente homogéneos a partir de los filamentos pigmentados;
 - formar un material textil de pelo insertado a partir de los hilos;
 - teñir el material textil de pelo insertado; y
 - usar el material textil de pelo insertado para producir una alfombra estable a la luz teñida de forma uniforme.
2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que los filamentos poliméricos pigmentados tienen una carga de concentración total del pigmento de color de al menos 10 a 1.000 ppm en peso del filamento.
- 15 3. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la carga total de pigmento de color comprende de 25 a 600 ppm en peso del filamento.
4. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el filamento además comprende deslustrante de TiO₂.
5. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la tinción se lleva a cabo a un pH de 1,5 a 10.
- 20 6. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que los pigmentos de color comprenden una combinación de al menos dos de Pigmento Rojo 60, Pigmento Rojo 63, Pigmento Rojo 80, Pigmento Rojo 66, Pigmento Rojo 67, Pigmento Rojo 81, Pigmento Rojo 68, Pigmento Rojo 73, Pigmento Rojo 83, Pigmento Amarillo 65, Pigmento Amarillo 82, Pigmento Amarillo 85, Pigmento Amarillo 87, Pigmento Azul 61, Pigmento Azul 69, Pigmento Azul 74 y Pigmento Azul 78.
- 25 7. El procedimiento de la reivindicación 6, en el que los pigmentos de color comprenden dos o más de Pigmento Rojo 63, Pigmento Azul 74, Pigmento Azul 69 y Pigmento Amarillo 65.
8. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el polímero comprende ácido poliláctico y sus mezclas y copolímeros o poliamida y sus mezclas y copolímeros.
9. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que la poliamida comprende nailon 6, nailon 66, nailon 4, 6 o nailon 6, 12.
- 30 10. El procedimiento de la reivindicación 9, en el que la poliamida además comprende nailon apto para tinción catiónica.
11. El procedimiento de la reivindicación 10, en el que la tinción se lleva a cabo a pH bajo, en el que además el colorante comprende un colorante premetalizado, ácido, disperso, reactivo o de tina.