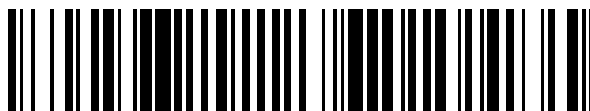


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 401 759**

51 Int. Cl.:

D06M 13/46	(2006.01)	C08L 3/08	(2006.01)
D06M 15/11	(2006.01)	C08L 79/02	(2006.01)
D06M 15/427	(2006.01)	C08L 1/28	(2006.01)
D06P 1/48	(2006.01)		
D06P 1/655	(2006.01)		
D06P 1/66	(2006.01)		
D06P 3/00	(2006.01)		
C08B 31/12	(2006.01)		
C08G 73/02	(2006.01)		
C08L 3/04	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.03.2010 E 10002401 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.02.2013 EP 2365123**

54 Título: **Agente para el encolado y fijación de urdimbres combinado y nuevo método para fijar colorantes de azufre sobre urdimbres**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
24.04.2013

73 Titular/es:
**CLARIANT FINANCE (BVI) LIMITED (100.0%)
Citco Building, Wickhams Cay P.O. Box 662
Road Town, Tortola , VG**

72 Inventor/es:
**SCHUETTE, RICHARD y
JIMENEZ MANAL**

74 Agente/Representante:
LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 401 759 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

Agente para el encolado y fijación de urdimbres combinado y nuevo método para fijar colorantes de azufre sobre urdimbres

5 La invención se refiere a un agente para el encolado y fijación de urdimbres que comprende una mezcla de almidón catiónico y agente de fijación catiónico y, opcionalmente, además, aditivos para el encolado. El nuevo agente de encolado y fijación de urdimbres es perfectamente adecuado para mejorar el encolado y la tinción de hilo de urdimbre utilizando colorantes de azufre y colorante indigo en procesos continuos.

10 La tinción de hilo de urdimbre para Denim se realiza habitualmente mediante colorante indigo y también mediante colorantes de azufre en fases de tinción continuas especiales. La urdimbre atraviesa con ello la fase en forma de cuerda o en forma ancha, tal como la denominada encoladora de urdimbres. El colorante reducido (= leuco) se aplica con ello en cajas con dispositivos exprimidores, después de ello se oxida al aire, luego se seca y, finalmente, se somete a un proceso de encolado necesario para mejorar la resistencia mecánica del hilo para su subsiguiente procesamiento ulterior mediante ligamiento. Para fines de encolado de este tipo se emplean habitualmente agentes polímeros naturales o sintéticos, p. ej. almidón o poli(alcohol vinílico).

15 Los colorantes de azufre se pueden aplicar en forma de un único color o en el fondo con indigo, lo que significa que los colorantes de azufre se aplican antes del indigo, o en la parte superior con indigo, lo que significa que los colorantes de azufre se aplican después del indigo.

20 El proceso de tinción no consigue habitualmente fijar el 100% del colorante de azufre sobre la fibra. Por ese motivo, el colorante no fijado contamina el baño de encolado así como el hilo encolado. Una contaminación de este tipo es a menudo el motivo de una retro-coloración del envés del tejido durante el ligamiento y el acabado y debe ser eliminada mediante lavado con agua. Aparte de esta elevada cantidad de agua que realmente se necesita para la tinción y el encolado, la contaminación del agua residual, especialmente la que procede del proceso de tinción, es uno de los principales retos medioambientales con los que habitualmente se enfrenta la industria textil.

25 El documento JP 5416088 A describe una composición de encolado que comprende un almidón catiónico y un agente catiónico.

30 El documento EP 0 609 994 A1 describe una composición de almidón que comprende un almidón catiónico y/o un polímero sintético catiónico en combinación con un almidón que contiene al menos un sustituyente no iónico. La composición es útil como un aglutinante.

El documento GB 1589483 A se refiere a una composición de almidonado del tejido que comprende, entre otros, un almidón catiónico y un agente tensioactivo catiónico y/o un monómero catiónico.

35 El documento US 2006/276370 A1 describe una composición que comprende, entre otros, un polisacárido catiónico y poliquats y otros materiales cuaternarios catiónicos poliméricos.

40 Por lo tanto, un objeto en el que se fundamenta la presente invención era proporcionar un nuevo agente para fijar un colorante de azufre sobre el hilo al tiempo que se encola el hilo simultáneamente, que puede ser aplicado en una etapa y que puede ser retirado después de ello de forma más sencilla, a saber, mediante una sola etapa de lavado. Así, el nuevo agente necesita una menor cantidad de agua en un proceso continuo y ayuda a mejorar la influencia medioambiental de la industria textil.

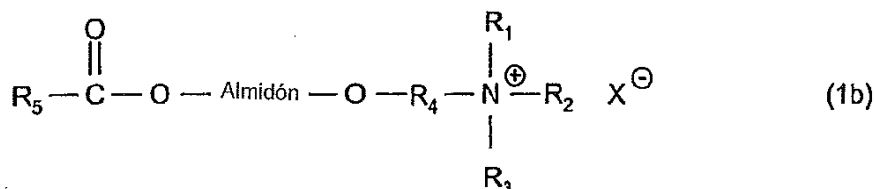
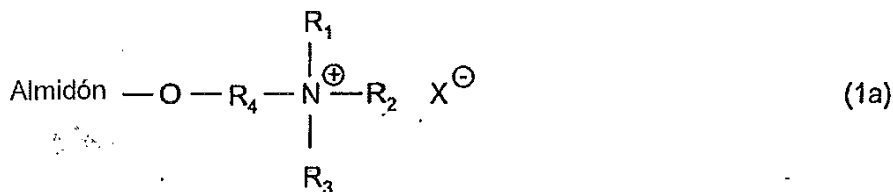
45 Sorprendentemente, se encontró que este objetivo se consiguió mediante un agente de encolado y de fijación de urdimbres que comprende una combinación de un almidón catiónico con un agente de fijación catiónico y, opcionalmente, además, aditivos de encolado.

Por lo tanto, la presente invención pertenece a un agente de encolado y de fijación de urdimbres, que comprende una combinación de:

- 50 a) un almidón catiónico sustituido con grupos amonio cuaternario,
- 55 b) un agente de fijación catiónico y, opcionalmente,
- c) aditivos de encolado adicionales,

en donde

el almidón catiónico a) tiene la fórmula (1a) o (1b)



en donde

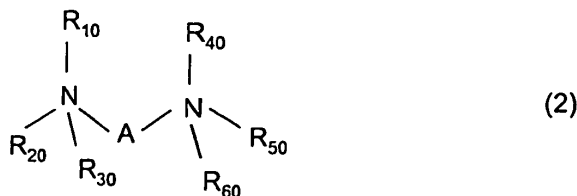
R₁, R₂ y R₃ son idénticos o diferentes y representan alquilo C₁-C₆, arilo C₆-C₁₀, aralquilo C₇-C₁₂, en donde dichos grupos alquilo, arilo y aralquilo están opcionalmente sustituidos con hidroxilo, metilo, etilo, metoxi, etoxi, nitro, flúor, cloro, bromo, ciano o carboximetilo;

X representa halógeno, preferiblemente cloro o bromo, y

R₄ representa un grupo alquileno o un grupo hidroxialquileno, teniendo cada uno de ellos 2 a 5 átomos de carbono; R₅ representa hidrógeno o un grupo alquilo C₁-C₆, opcionalmente sustituido con hidroxilo, metoxi, etoxi, flúor, cloro, bromo, nitro;

y en donde

el agente de fijación catiónico (b) comprende un compuesto orgánico que comprende nitrógeno y que tiene la siguiente fórmula general (2):



en que

A representa alquileno con 1 a 6 átomos de carbono, opcionalmente sustituido con halógeno, p. ej. F, Cl o Br, hidroxilo, alcoxi C₁-C₄, p. ej. metoxi y etoxi, o grupos nitro; o

A representa alquileno con 1 a 6 átomos de carbono que tienen incorporados uno o más heteroátomos tales como N, S u O, y

R₁₀ a R₆₀ representan, independientemente uno de otro, grupos alquilo C₁-C₄ opcionalmente sustituidos, grupos alquenilo C₁-C₄ opcionalmente sustituidos, en donde los sustituyentes son ciano, hidroxilo, alquil C₁-C₄-amino, metoxi, etoxi, F, Cl o Br; o R₁₀ y/o R₄₀ representan hidrógeno o un par de electrones; o R₁₀ a R₆₀ están puenteados uno con otro constituyendo con ello un sistema de anillos, o en donde el agente de fijación catiónico es poli-cloruro de dimetil-dialilamonio, un policondensado de dietilen-triamina con epiclorhidrina, el producto de reacción de diciano-diamina con formaldehído y el producto de reacción de dietilen-triamina con diciano-diamina;

el agente de encolado y de fijación de urdimbres comprende el almidón catiónico y el agente de fijación catiónico en una relación de 1 unidad en peso de almidón catiónico a 0,01 a 10, preferiblemente a 0,2 a 1, más preferiblemente a 0,05 a 0,15 unidades en peso de agente de fijación catiónico.

Sorprendentemente, se encontró que la combinación de un almidón catiónico y un agente de fijación catiónico es adecuada para mejorar el encolado y la tinción de hilo de urdimbre utilizando colorantes de azufre y/o indigo en un proceso continuo, minimizando con ello el consumo general de agua y, además, la cantidad resultante de agua residual, con lo que el agua residual no contiene cantidad considerable alguna de colorante.

Otra ventaja importante de la presente invención es la posibilidad de que el proceso de tinción y de encolado simultáneos pueda realizarse en un equipo mecánico convencional que comprende una estación para la impregnación con el baño de colorante (fulardeo), realizada habitualmente a temperaturas de 60 a 90°C, una estación para la migración y difusión del colorante bajo aire (aireación), una estación para la impregnación directa, llevada a cabo habitualmente a un valor de pH de 4,5 a 5 a lo largo de un período de tiempo de 20 a 200 s y a una

temperatura de 65 a 85°C, y una estación final para el lavado y aclarado, que habitualmente se llevan a cabo a temperaturas de 50 a 80°C, y una estación de encolado para la aplicación de agente de encolado y fijación, llevados a cabo habitualmente a una temperatura de 65 a 90°C, y una sección de secado.

5 La preparación de un almidón catiónico se describe en el documento US-2.946.705 B1 o en el documento DE 37 16 755 A1, en donde el almidón catiónico es adicionalmente esterificado con grupos acilo. Los dos tipos de almidón catiónico, es decir, con o sin grupos éster, se pueden utilizar en la presente invención. La cationización del almidón se realiza haciendo reaccionar almidón con una sal de amonio cuaternario.

10 Convenientemente, el almidón catiónico se prepara proporcionando primero una suspensión acuosa de almidón y combinando esa suspensión acuosa con un reactivo de amonio cuaternario, preferiblemente un compuesto epoxi. La reacción tiene lugar en presencia de un catalizador de carácter básico a una temperatura en el intervalo de 40 a 60°C y a lo largo de un período de tiempo de 10 a 20 horas.

15 Opcionalmente, después de esa reacción, el producto de esa reacción se somete a una esterificación con un ácido carboxílico o un derivado de ácido carboxílico respectivo, tal como un anhídrido, haluro de ácido o un éster. Después de ello, el almidón catiónico esterificado se aísla mediante lavado y secado.

Habitualmente, el grupo éter de amonio y el grupo éster de acilo en la fórmula (1b) no están enlazados al mismo resto anhidroglucosa.

20 En una realización preferida, R₁, R₂ y R₃ son idénticos o diferentes y representan alquilo C₁-C₄, especialmente metilo o etilo.

En una realización preferida, R₄ representa etileno o propileno.

En una realización preferida, R₅ es alquilo C₁-C₄, especialmente etilo o propilo.

25 El término "almidón" incluye almidón no tratado, así como derivados de almidón que incluyen almidones dextrinizados, hidrolizados, oxidados y eterificados que siguen conservando un material amiláceo. Los almidones se pueden derivar de cualesquiera fuentes que incluyen maíz, trigo, patata, tapioca, sagú o arroz.

El almidón catiónico tiene preferiblemente un grado de sustitución con respecto al grupo amonio cuaternario de 0,02 a 0,2, preferiblemente de 0,03 a 0,1. Si es aplicable, el almidón catiónico tiene preferiblemente un grado de sustitución con respecto al grupo éster de acilo de 0,01 a 0,3, preferiblemente de 0,03 a 0,2.

30 En una realización preferida, se utiliza un almidón catiónico de acuerdo con la fórmula (1a).

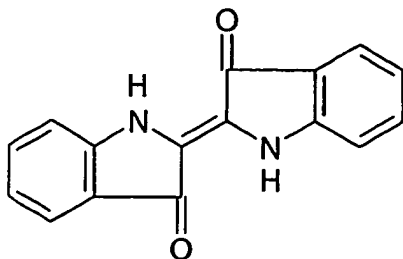
Los agentes de fijación según se describen antes son adecuados para fijar colorantes de azufre sobre el hilo de urdimbre con una elevada eficacia y hasta un 100%.

35 En calidad de colorantes de azufre se pueden emplear todos los colorantes de azufre conocidos, siendo adecuados preferiblemente aquellos colorantes de (leuco)azufre según quedan comprendidos en la siguiente lista:

Índice de Color	Número CAS
L.S. Negro 1	66241-11-0
L.S. Negro 11	90480-94-7
L.S. Rojo 14	58585-53-5
L.S. Azul 7	69900-21-6
L.S. Azul 13	12262-26-9
R.V. Azul 43	85940-25-6
L.S. Azul 20	85940-25-6
L.S. Azul 9	12262-25-8
L.S. Verde 11	12262-52-1
L.S. Verde 2	12262-32-7
L.S. Azul 15	100208-97-7
L.S. Verde 16	70892-38-5

Índice de Color	Número CAS
L.S. Marrón 3	100208-66-0
L.S. Amarillo 9	85737-01-5
L.S. Marrón 96	85736-99-8
L.S. Marrón 10	12262-27-0
L.S. Rojo 10	1326-96-1
L.S. Marrón 31	1327-11-3
L.S. Marrón 37	70892-34-1
L.S. Marrón 46	85940-08-5
L.S. Naranja 1	1326-49-4
L.S. Amarillo 22	90268-98-7
L.S. Marrón 26	71838-68-1
L.S. Verde 36	90295-17-3

40 De acuerdo con la presente invención, todos estos colorantes de azufre se pueden combinar o reemplazar con indigo convencional que tiene la siguiente fórmula química:



2-(1,3-dihidro-3-oxo-2H-indol-2-ilideno)-
1,2-dihidro-3H-indol-3-ona

El agente de encolado y de fijación de urdimbres de acuerdo con la presente invención se puede combinar, además, con aditivos de encolado adicionales, preferiblemente en una cantidad de 0,01 a 0,15 partes en peso de dichos aditivos de encolado adicionales, con relación a 1 parte en peso de almidón catiónico. Aditivos de encolado de este tipo se añaden al baño de encolado para sustentar el proceso de ligamiento por sus efectos reblandecedores, alisadores o antiestáticos. Otros aditivos de encolado son agentes anti-formación de espuma o medios para aumentar la absorción del baño.

Grasas de encolado se utilizan ventajosamente para mejorar el comportamiento de disociación y de ligamiento en seco de la urdimbre, plastificando la película de encolado, proporcionando una acción suavizante y antiestática sin reducir la adherencia y resistencia a la abrasión del agente de encolado. Materiales adecuados incluyen grasas y aceites sulfatados y preparados de ésteres de ácidos grasos con emulsionantes no iónicos y aniónicos. También se pueden añadir tensioactivos antiestáticos basados en poli(glicol-éteres) para reducir la carga estática. En calidad de grasas de encolado se puede utilizar también polietilenglicol con una masa molecular de aproximadamente 4000, así como ceras exentas de parafina y auto-emulsionantes, basadas en ácidos grasos.

La absorción del baño durante el encolado depende, en parte, de la humectabilidad del hilo. Para sustentar la absorción, se puede añadir un agente humectante de baja formación de espuma en pequeñas cantidades de hasta 1 g/l. Agentes humectantes adecuados son alcoholes grasos o poli(glicol-éteres) con un bajo grado de etoxilación.

Si el agente de encolado utilizado tiende a producir espuma o si se añaden agentes humectantes, a veces es deseable la adición de un agente desespumante. Productos adecuados pueden basarse en aceite de parafina, ésteres fosfóricos, ésteres de ácidos grasos o aceites de silicona.

Baños de encolado que se almacenan a lo largo de un período de tiempo prolongado y que contienen ingredientes biológicamente degradables tales como almidón o derivados de almidón deben protegerse frente a la degradación añadiendo fungicidas y/o bactericidas. Agentes adecuados son formaldehído o sustancias liberadoras de formaldehído, derivados de fenol y compuestos heterocíclicos del tipo isotiazolina.

Ejemplos de trabajo 1 a 28

El tipo catiónico de almidón (A) era un almidón de maíz que comprendía 0,25 a 0,35% de nitrógeno ligado en sustancia seca (= grado de cationización), el tipo catiónico de almidón (B) era un fécula de patata que comprendía 0,30 a 0,35% de nitrógeno ligado en sustancia seca, y el tipo catiónico de almidón (C) era una fécula de patata que comprendía 0,25 a 0,30% de nitrógeno ligado en sustancia seca.

En los almidones A, B y C, el grupo éter de amonio es cloruro de hidroxipropil-trimetilamonio.

El almidón C tiene adicionalmente un grupo acetilo con un grado de sustitución de aproximadamente 0,1% en sustancia seca.

Los Ejemplos 1 a 4 son ensayos comparativos, mientras que los Ejemplos 5, 6 y 7 son de acuerdo con la invención.

La Tabla 1 muestra la composición cualitativa de mezclas de encolado y de fijación de urdimbres utilizadas posteriormente para los Ejemplos de trabajo:

Ejemplo N° (aditivos de encolado/ unidades en peso)	1	2	3	4	5	6	7
Almidón	1						
Tipo catiónico de almidón (A)		1			1		
Tipo catiónico de almidón (B)			1			1	
Tipo catiónico de almidón (C)				1			1
Agente de fijación					0,1	0,1	0,1

(= policondensado de dietilen-triamina con epiclorhidrina)							
--	--	--	--	--	--	--	--

Para estas mezclas se han realizado ensayos de la viscosidad con la copa Ford en diferentes concentraciones de 8%, 6% y 4% para destacar y demostrar su calidad e idoneidad para su aplicación para encolar hilo de un modo óptimo y con un resultado óptimo.

5

La siguiente Tabla 2 muestra el resultado de los ensayos de la viscosidad con la copa Ford.

Tabla 2

Ejemplo N° (Resultado del encolado)	1	2	3	4	5	6	7
Conc. del baño 8% [s] ¹⁾	19	>100	>100	85	>100	>100	>100
Conc. del baño 6% [s] ¹⁾	15	>100	58	40	>100	76	45
Conc. del baño 4% [s] ¹⁾	12	94	36	30	38	30	22
Cintas de poliéster [cN/tex] ²⁾	0,15	0,41	0,31	0,25	0,54	0,46	0,42
Cintas de algodón [cN/tex] ²⁾	0,09	0,8	0,19	0,27	0,69	0,54	0,51

10

1) La viscosidad de la "copa Ford" del baño de encolado se determina de acuerdo con un método interno como sigue: 500 ml del baño de encolado, en donde el disolvente es agua, se calientan primero hasta una temperatura constante de 85°C, así como la propia copa Ford que está equipada con una boquilla de salida. Después de ello, la copa Ford se sumerge en el baño de encolado y se llena por completo, con cuidado, por lo que se han de evitar cualesquiera burbujas de aire. Después, la copa Ford se mantiene horizontalmente por encima del borde de un vaso de precipitados y se registra el tiempo en segundos [s] hasta que el baño que fluye constantemente a través de la boquilla de salida se interrumpe por vez primera.

15

20

2) La determinación de cintas se realiza asimismo de acuerdo con un método interno. Por consiguiente, tiras de tipo carden se impregnan a una concentración de 1% en peso de baño de encolado, luego se cortan a una longitud de aproximadamente 30 cm, con lo cual cada una de las determinaciones necesita siete (7) tiras individuales. Las tiras de tipo carden encoladas se secan en un armario a lo largo de un período de tiempo de 2 h a una temperatura de 60°C. Después de ello, se mantienen a lo largo de un período de tiempo de 24 h en una cámara con aire acondicionado a 23°C y bajo una humedad relativa del 65%. Después de ello, se rasgan hasta la rotura en una máquina de medición del desgarre. Las cintas resultantes se proporcionan por la resistencia al desgarre a la rotura dividido por el título de fibras en tex [cN/tex].

25

30

Para demostrar una mejora adicional en la calidad del encolado, se han preparado algunas mezclas más de acuerdo con los siguientes Ejemplos 8 a 14 utilizando aditivos de encolado adicionales. El Ejemplo 8 es un ensayo comparativo, mientras que los Ejemplos 12 a 14 son de acuerdo con la invención.

Tabla 3

35

Ejemplo N° (aditivos de encolado/unidades en peso)	8				12	13	14
Almidón	1						
Tipo catiónico de almidón (B) = invención					1	1	1
Suavizante de encolado (= triglicérido emulsionado)	0,01				0,01	0,02	0,03
Agente humectante (= poliglicol-éter)	0,01				0,01	0,02	0,03
Agente de fijación (= policondensado de dietilen-triamina con epiclorhidrina)					0,1	0,1	0,1

Después de una preparación cuidadosa de acuerdo con la medición según se describe antes, se han determinado las cintas. Los resultados se proporcionan en la siguiente Tabla 4 y demuestran que la calidad del encolado para los Ejemplos 12 a 14 es muy satisfactoria, mientras que el Ensayo comparativo del Ejemplo 8 tiene un resultado sólo deficiente.

40

Tabla 4

Ejemplo N° resultados	8				12	13	14
Cintas de poliéster [cN/tex]	0,15				0,42	0,45	0,44
Cintas de algodón [cN/tex]	0,09				0,52	0,53	0,53

5 Ejemplos 15 a 21

En los siguientes Ejemplos 15 a 21 se realizó el proceso de encolado y tinción combinado en un proceso continuo de encolado que comprende una etapa de fulardeo, teniendo el agente de encolado una concentración del baño de 8% en el material de urdimbre a un valor del pH de 4,7 a una temperatura de 85°C con una absorción de la cola en húmedo de 110%, seguido de un proceso de secado a 125°C durante 60 s.
Después de ese encolado, el hilo se aclaró en dos etapas con agua a una temperatura de 75°C (= primera etapa) y 65°C (= segunda etapa).

15 La siguiente Tabla 5 proporciona la composición respectiva del baño de encolado y de tinción aplicado sobre el material de la urdimbre respectivo. El Ejemplo 15 es una comparación, los Ejemplos 16 a 21 son de acuerdo con la invención.

Tabla 5

Ejemplo N°	15	16	17	18	19	20	21
Material de urdimbre = 100% de algodón, [tex 74/1]	+	+	+	+	+	+	+
Almidón (unidad en peso)	1						
Tipo catiónico de almidón (B) = invención (unidades en peso)		1	1	1	1	1	1
Agente de fijación (= policondensado de dietilen-triamina con epíclorhidrina) (unidades en peso)		0,1	0,08	0,06	0,04	0,02	0,01
Temp. de aplicación [°C]	90	70	70	70	70	70	70
Colorante (N° CAS)	85940 -25-6	85940 -25-6	85940 -25-6	85940 -25-6	85940 -25-6	85940 -25-6	85940 -25-6

Después del proceso de encolado y de tinción, la calidad se determinó en términos de retro-coloración, con lo que el hilo teñido se lavó junto con el hilo no teñido y se observó qué cantidad del hilo no teñido era coloreada (teñida) después del lavado. Además, se observó ópticamente la contaminación del baño después de la etapa de lavado y la variabilidad de la tonalidad se determinó asimismo ópticamente.

Los resultados se proporcionan en la siguiente Tabla 6. La clasificación para la retro-coloración era (++) para ninguna retro-coloración por encima de (+) y (-) hasta (--) para intensa retro-coloración. La clasificación para la contaminación del baño era (++) para ninguna contaminación por encima de (+) y (-) hasta (--) para una intensa contaminación. La clasificación para la variabilidad de la tonalidad era (++) para una baja variabilidad por encima de (+) y (-) hasta (--) para una elevada variabilidad.

Tabla 6

Ejemplo N° resultados	15	16	17	18	19	20	21
Retro-coloración	(--)	(++)	(++)	(++)	(-)	(+)	(-)
Contaminación del baño	(--)	(++)	(++)	(++)	(+)	(-)	(-)
Variab. de la tonalidad	(-)	(+)	(++)	(++)	(+)	(+)	(+)

35 Resulta evidente que los mejores resultados se han conseguido en los Ejemplos 16, 17 y 18, en donde se emplearon cantidades relativamente elevadas de agente de fijación, mientras que los Ejemplos 19, 20 y 21 muestran resultados incluso mejores que el Ensayo comparativo del Ejemplo 15.

40 Ejemplos 22 a 28

En los siguientes Ejemplos 22 a 28 se aplicó de nuevo el proceso de encolado y tinción combinado bajo las

condiciones tal como ya se han explicado en relación con los Ejemplos de trabajo 15 a 21, pero comprendiendo un colorante diferente. La siguiente Tabla 7 proporciona la composición respectiva del baño de encolado y de tinción con una concentración de 8% aplicada al material de la urdimbre respectivo. El Ejemplo 22 es un Ejemplo comparativo, los Ejemplos 23 a 28 son de acuerdo con la invención.

5

Tabla 7

Ejemplo N°	22	23	24	25	26	27	28
Material de urdimbre = 100% de algodón, [tex 74/1]	+	+	+	+	+	+	+
Almidón (unidad en peso)	1						
Tipo catiónico de almidón (B) = invención (unidades en peso)		1	1	1	1	1	1
Agente de fijación (= policondensado de dietilen-triamina con epíclorhidrina) (unidades en peso)		0,1	0,08	0,06	0,04	0,02	0,01
Temp. de aplicación [°C]	90	70	70	70	70	70	70
Colorante (N° CAS)	66241 -11-0	66241 -11-0	66241 -11-0	66241 -11-0	66241 -11-0	66241 -11-0	66241 -11-0

10 Después del proceso de encolado y de tinción, se determinó la calidad en términos de retro-coloración, contaminación del baño y variabilidad de la tonalidad, tal como ya se ha descrito en relación con los Ejemplos 15 a 21.

Los resultados se proporcionan en la siguiente Tabla 8, en donde la clasificación para la retro-coloración para la contaminación del baño y para la variabilidad de la tonalidad era la misma que antes.

15

Tabla 8

Ejemplo N° resultados	22	23	24	25	26	27	28
Retro-coloración	(--)	(++)	(++)	(++)	(-)	(+)	(-)
Contaminación del baño	(--)	(++)	(++)	(++)	(+)	(-)	(-)
Variab. de la tonalidad	(-)	(+)	(++)	(++)	(+)	(+)	(+)

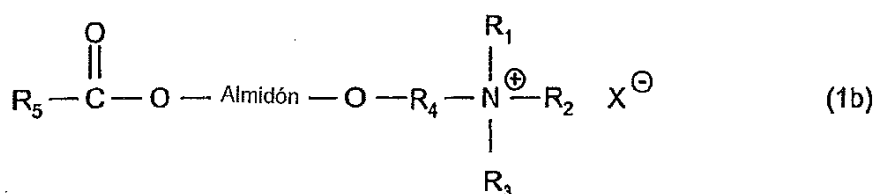
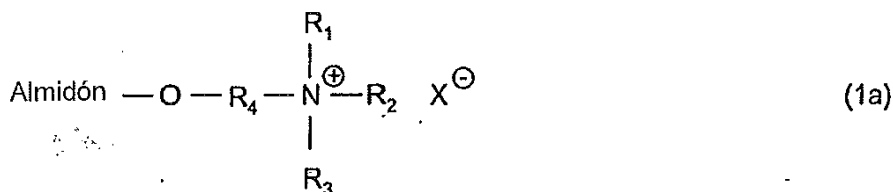
20 Resulta evidente que nuevo se han conseguido resultados óptimos en los Ejemplos 23, 24 y 25, en donde se emplearon cantidades relativamente elevadas de agente de fijación, mientras que los Ejemplos 26, 27 y 28 muestran resultados incluso mejores que el Ensayo comparativo del Ejemplo 22.

REIVINDICACIONES

1.- Un agente de encolado y de fijación de urdimbres, que comprende una combinación de:

a) un almidón catiónico sustituido con grupos amonio cuaternario,

5 en donde el almidón catiónico (a) tiene la fórmula (1a) o (1b)



en donde

R₁, R₂ y R₃ son idénticos o diferentes y representan alquilo C₁-C₆, arilo C₆-C₁₀, aralquilo C₇-C₁₂, en donde dichos grupos alquilo, arilo y aralquilo están opcionalmente sustituidos con hidroxilo, metilo, etilo, metoxi, etoxi, nitro, flúor, cloro, bromo, ciano o carboximetilo;

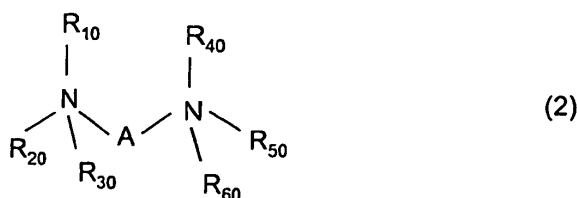
X representa halógeno, y

R₄ representa un grupo alquilenos o un grupo hidroxialquilenos, teniendo cada uno de ellos 2 a 5 átomos de carbono;

R₅ representa hidrógeno o un grupo alquilo C₁-C₆, opcionalmente sustituido con hidroxilo, metoxi, etoxi, flúor, cloro, bromo, nitro;

b) un agente de fijación catiónico

en donde el agente de fijación catiónico comprende un compuesto orgánico que tiene la siguiente fórmula general (2):



en que

A representa alquilenos con 1 a 6 átomos de carbono, opcionalmente sustituido con halógeno, hidroxilo, alcoxi C₁-C₄ o grupos nitro; o A representa alquilenos con 1 a 6 átomos de carbono que tienen incorporados uno o más heteroátomos tales como N, S u O, y

R₁₀ a R₆₀ representan, independientemente uno de otro, grupos alquilo C₁-C₄ opcionalmente sustituidos, grupos alquilenos C₁-C₄ opcionalmente sustituidos, en donde los sustituyentes son ciano, hidroxilo, alquil C₁-C₄-amino, metoxi, etoxi, F, Cl o Br; o

R₁₀ y/o R₄₀ representan hidrógeno o un par de electrones; o

R₁₀ a R₆₀ están puenteados uno con otro constituyendo con ello un sistema de anillos, o en donde el agente de fijación catiónico es poli-cloruro de dimetil-dialilamonio, un policondensado de dietilen-triamina con epíclorhidrina, el producto de reacción de diciano-diamina con formaldehído, o el producto de reacción de dietilen-triamina con diciano-diamina;

y, opcionalmente,

c) aditivos de encolado adicionales,

comprendiendo el agente el almidón catiónico (a) y el agente de fijación catiónico (b) en una relación de 1 unidad en peso de almidón catiónico a 0,01 a 10 unidades en peso de agente de fijación catiónico.

2.- El agente de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el almidón catiónico tiene un grado de sustitución con respecto al grupo amonio cuaternario de 0,02 a 0,2.

- 3.- El agente de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, en donde el almidón catiónico de fórmula (1b) tiene un grado de sustitución con respecto al grupo éster de 0,01 a 0,3.
- 5 4.- El agente de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde los aditivos de encolado (c) adicionales son grasas de encolado, agentes humectantes, agentes desespumantes y/o conservantes.
- 5.- El uso del agente de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, para encolar y teñir hilo de la urdimbre utilizando colorantes de azufre y/o indigo.
- 10 6.- El uso de acuerdo con la reivindicación 5 en un proceso totalmente continuo.