

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 742 131**

51 Int. Cl.:

**D06P 3/54** (2006.01)

**D06P 5/04** (2006.01)

**D06P 1/653** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.01.2017 PCT/EP2017/050163**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.07.2017 WO17118671**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.01.2017 E 17700613 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.05.2019 EP 3390711**

54 Título: **Procedimiento de debilitamiento de tintes en textiles**

30 Prioridad:

**04.01.2016 GB 201600098**

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

**13.02.2020**

73 Titular/es:

**NIKWAX LIMITED (100.0%)  
Unit F Durgates Industrial Estate  
Wadhurst, East Sussex TN5 6DF, GB**

72 Inventor/es:

**ELLIS, DAVID JOHN y  
BROWN, NICHOLAS**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 742 131 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 de debilitamiento de tintes en textiles

**Campo técnico**

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para eliminar el exceso de tinte de tejido de poliéster teñido. En particular, se refiere al uso de un ácido orgánico débil, tal como ácido ascórbico o ácido cítrico, para eliminar el exceso de tinte, seguido de elevar el pH hasta entre pH 9 y pH 12.

**Antecedentes**

10 El teñido comercial de textiles o tejidos generalmente consiste en sumergir el tejido en un baño de tinte que contiene una solución apropiada del tinte hasta que se alcanza el tono deseado mediante la absorción del tinte sobre el tejido. Como existen numerosas variables que pueden alterar la eficiencia de absorción del tinte, es convencional agregar más tinte al baño de tinte que el requerido y controlar la extensión o profundidad del tinte por tiempo. La consecuencia de este enfoque es que se requieren pasos adicionales para eliminar el exceso de tinte no fijado del tejido después de que se haya completado el teñido. Sin la eliminación del exceso de tinte, pueden producirse problemas tales como el tinte o la transferencia del artículo terminado. Además, puede conducir a la contaminación 15 aguas abajo de la planta de procesamiento.

El teñido de tejido de poliéster no es particularmente fácil ya que la naturaleza de las fibras del polímero componente es tal que son extremadamente hidrófobas. Además, las fibras no se disuelven ni degradan con disolventes orgánicos. Para lograr un teñido efectivo del tejido de poliéster, ha sido necesario utilizar tintes especializados y condiciones adversas en equipos especializados.

20 El tejido de poliéster se tiñe típicamente con tintes dispersos. Los tintes dispersos son tintes preparados que no tienen ningún carácter iónico y, como tales, son insolubles o solo poco solubles en agua en condiciones ambientales. Dichos tintes se utilizan en el procedimiento de tinte dispersándolos en agua acidificada a temperaturas elevadas, por ejemplo, 80°C a 100°C, o a temperatura y presión elevadas, por ejemplo, 105°C a 140°C y 1,1 a 3,6 bar. Tales condiciones dan como resultado que el tinte se difunda en las fibras de poliéster plastificadas para formar una dispersión molecular en la matriz polimérica.

25 Los agentes dispersantes y los productos químicos portadores se usan comúnmente en el teñido de tejido de poliéster. Se necesitan agentes dispersantes para mantener la mayor parte del tinte disperso poco soluble en un estado homogéneo en todo el líquido del baño de tinte. Dichos agentes dispersantes son típicamente tensioactivos fuertes tales como alquilsulfonatos y alquilarilsulfonatos. Los productos químicos portadores son sustancias diseñadas para hinchar las fibras y ayudar a facilitar la difusión del tinte disperso en el tejido. Los productos químicos portadores típicos que pueden usarse en base a éteres de glicol.

30 Una vez que se ha logrado una intensidad de color suficiente en el tejido, es necesario eliminar el exceso de tinte. Como el teñido de tejido de poliéster con tintes dispersos es un procedimiento de difusión, habrá una cierta acumulación de tinte adsorbido en la superficie del tejido que no se ha difundido en su mayor parte. Esta acumulación de tinte tendrá una fijación más tenue al tejido, resultando en problemas en la tela terminada, como socavando la sombra del tejido. También puede afectar la resistencia al lavado y al frote del tinte.

35 El procedimiento de eliminar el exceso de tinte que sirve para eliminar estos problemas se denomina debilitamiento por reducción. El debilitamiento por reducción usualmente usa un agente reductor fuerte a alta temperatura y pH para eliminar el exceso de tinte. El reactivo más utilizado en el debilitamiento por reducción es el ditionito de sodio en presencia de hidróxido de sodio. Este reactivo tiene varias desventajas, entre las que destaca su reactividad, que conduce a complicaciones en el manejo. Es inestable en condiciones no alcalinas donde ocurrirá la descomposición, incluso resultando en una combustión espontánea. Otra desventaja del uso de ditionito de sodio es que actúa como un agente sulfonante que puede actuar sobre cualquier surfactante residual que quede en el tejido. Esto puede provocar que cualquier surfactante residual se vuelva persistente. El uso de tales compuestos que contienen azufre 40 también tiene la desventaja de que, dado que los compuestos no son fácilmente biodegradables, el agua residual del procedimiento debe tratarse ampliamente antes de que pueda regresar a los cursos de agua.

45 La Pat. US No. 6 730 132 divulga un procedimiento para el debilitamiento por reducción de textiles de poliéster que comprende añadir al licor de tinte ácido o baño de lavado una composición de tratamiento posterior que comprende sulfato de ditionito/aceptor de ácido opcionalmente mezclado con sulfonato. El documento CN-A104562 divulga un procedimiento para la limpieza de telas de poliéster teñidas con composiciones que comprenden ácido cítrico y el documento JP-H-0291285 divulga un procedimiento para la limpieza de tejido de poliéster teñidas con composiciones que comprenden ácido ascórbico.

50 Ahora se ha encontrado que, al agregar un ácido orgánico débil o una sal del mismo, tal como ácido ascórbico o ácido cítrico, o una sal del mismo, como agente debilitante por reducción al tejido de poliéster teñido, preferiblemente después de la eliminación del licor de teñido, calentar durante un período de tiempo y 55

posteriormente eliminar el líquido, el exceso de tinte se elimina fácilmente del tejido de poliéster teñido sin la necesidad de usar compuestos que contienen azufre. El pH luego se eleva a entre pH 9 y pH 12 después del tratamiento de debilitamiento por reducción utilizando un ácido débil.

### Sumario de la invención

- 5 De acuerdo con la invención, se proporciona un procedimiento para eliminar el exceso de tinte del tejido de poliéster teñido que comprende agregar una solución de un ácido orgánico débil o una sal del mismo al tejido en un recipiente de teñido, elevar la temperatura y permitir que permanezca el ácido o la sal del mismo en contacto con el tejido por un período de tiempo, seguido de la eliminación de todo el líquido. El pH se eleva luego a entre pH 9 y pH 12 después del tratamiento de debilitamiento por reducción utilizando un ácido débil.

### 10 Descripción de las realizaciones

- El ácido orgánico débil es un ácido de Bronsted que contiene al menos 4 átomos de carbono, y que tiene un valor de  $pK_a$  o  $pK_{a1}$  de al menos 1, y preferiblemente un valor de  $pK_a$  o  $pK_{a1}$  de menos de 5. Un intervalo preferido de  $pK_a$  o  $pK_{a1}$  es de 3 a 4,5. El valor de  $pK_{a1}$  se refiere al primer protón disociado para ácidos multiprotónicos. Ejemplos de tales ácidos incluyen ácido ascórbico, ácido cítrico, ácido caprílico, ácido adípico, ácido succínico, ácido maleico y
- 15 ácido butírico. Ejemplos preferidos son ácido ascórbico y ácido cítrico. También se pueden usar sales del ácido orgánico débil. Los ejemplos de sales incluyen aquellos que tienen cationes monovalentes, tales como sales de metales alcalinos. Las sales preferidas son las sales de sodio o potasio. El ácido ascórbico o una sal del mismo es el más preferido. Se pueden usar uno o más ácidos orgánicos débiles y/o sales de los mismos.

- 20 En la discusión que sigue, a menos que se especifique lo contrario, la referencia al "ácido orgánico débil" o ejemplos del mismo también incluye una referencia a sus sales.

La temperatura en el recipiente se eleva preferiblemente a un valor en el intervalo de 60°C a 100°C, lo más preferiblemente de 75°C a 80°C o al menos 80°C.

El ácido orgánico débil se mantiene preferiblemente en contacto con el tejido durante al menos 6 minutos para permitir que reaccione con el tejido teñido. Preferiblemente, el tiempo de contacto es de hasta 60 minutos.

- 25 Preferiblemente, el licor de teñido se retira del recipiente de teñido antes de añadir el ácido orgánico débil. Alternativamente, si un tejido de poliéster ya teñido exhibe baja estabilidad del tinte, es posible reprocesar el tejido teñido utilizando el procedimiento de la invención para remediar el problema. En esta situación, el tejido teñido en seco puede cargarse en un baño de tinte o recipiente adecuado al que se puede agregar agua y una cantidad apropiada del ácido orgánico débil.

- 30 El ácido orgánico se agrega a una tasa de 80 g a 120 g por litro, si, por ejemplo, el licor de teñido no se elimina antes de agregar el ácido orgánico. Alternativamente, si se elimina el licor de teñido antes de añadir el ácido orgánico, se usan de 2 g a 50 g por litro, preferiblemente de 2 g a 10 g, lo más preferiblemente se usan 5 g por litro de ácido.

- 35 Después de la eliminación de todo el líquido, el tejido de poliéster se enjuaga preferiblemente con agua a temperatura ambiente, después de lo cual se centrifuga y se seca.

En una realización, se utiliza un ácido orgánico débil, o una sal del mismo que todavía es ácido, como el agente de debilitamiento por reducción. A diferencia del procedimiento de debilitamiento por reducción utilizado anteriormente que utiliza ditionito de sodio, esto tiene la ventaja de que no es necesario cambiar el pH entre la etapa de teñido, que normalmente se realiza a un pH bajo, y la etapa de debilitamiento por reducción.

- 40 El tejido de poliéster teñido debe tratarse posteriormente, por ejemplo, para hacerlo repelente al agua, luego, después del tratamiento de debilitamiento por reducción usando un ácido orgánico débil, el pH se eleva a entre pH 9 y pH 12. Esto se logra mediante la adición de un hidróxido alcalino tal como hidróxido de sodio, hidróxido de potasio o hidróxido de amonio a una tasa de 1,4 g a 1,7 g por litro.

- 45 De acuerdo con un segundo aspecto de la invención, se proporciona el uso de un ácido orgánico débil para eliminar el exceso de tinte de un tejido de poliéster teñido en el que se añade una solución del ácido orgánico débil al tejido en un recipiente de teñido, la temperatura en un recipiente de teñido se eleva a al menos 80°C y se deja que el ácido reaccione con el tejido durante al menos 6 minutos. Todo el líquido se elimina posteriormente.

- 50 Una ventaja del procedimiento de la presente invención es que evita la necesidad de usar compuestos que contienen azufre, tales como ditionito de sodio, que actúan como agentes sulfonantes que pueden actuar sobre los tensioactivos residuales que quedan en el tejido haciendo que los tensioactivos sean más persistentes. Esta persistencia causa problemas en procedimientos posteriores de acabado textil, como la aplicación de tratamientos repelentes al agua al tejido de poliéster.

Otras ventajas de usar un ácido orgánico débil en el procedimiento de eliminación de la reducción son que el procedimiento es más seguro de operar, menos contaminante para el medio ambiente y más barato de operar.

La presente invención se describirá adicionalmente a modo de referencia a los siguientes ejemplos.

**Ejemplo 1** (ejemplo de referencia)

En un recipiente de teñido adecuado, se preparó un baño de tinte a la siguiente composición añadiendo posteriormente, mientras se mezclaba continuamente, los componentes a continuación:

- 5 Agua (40°C, desionizada) - 5 litros
- Portador (DOWANOL EPh, Dow Chemicals) - 50 g (10 g/litro)
- Agente dispersante (Basojet® PEL-200, BASF Chemicals) - 50 g (10 g/litro)
- Tintura (rojo Permasil F3BS 150 %, colores estándar) - 150 g (30 g/litro)

10 Después de la adición de la tintura, la temperatura del baño se elevó lentamente a una tasa de aproximadamente 1°C/minuto a 95°C. En este punto, el pH del baño de tinte se ajustó a entre 4,0 y 5,0 con la adición de ácido acético (80% grado técnico) - 25 g (5 g/litro).

15 Se añadió una muestra de 500 g de tejido de microfibra de poliéster sin teñir con un peso de 215 g/m<sup>2</sup> al baño de tinte. Con una mezcla continua, el baño de tinte se calentó hasta ebullición y se mantuvo a una temperatura constante durante un período de 90 minutos. Durante este tiempo, el pH del baño de tinte se mantuvo mediante la adición de dosis adicionales de ácido acético a una tasa de 5 g cada 15 minutos, si es necesario.

Después de 90 minutos, el baño de tinte se dejó enfriar a una temperatura de 60°C antes de drenar el contenido líquido del recipiente de teñido. El tejido se lavó luego en el recipiente de teñido con tres lavados separados de Tergitol 15-S-7 (10 g en 5 litros de agua desionizada a 60°C durante dos minutos).

20 El recipiente de teñido se rellenó con agua (5 litros de agua desionizada a 60°C) y se añadió hidróxido de sodio (20 g, 4 g/litro). La temperatura del contenido del recipiente de teñido se aumentó luego a 80°C y se añadió lo siguiente en el orden prescrito: -

- Agente dispersante (Basojet® PEL-200, BASF Chemicals) - 20 g (4 g/litro)
- Citrato trisódico deshidratado (Jungbunzlaur) - 50 g (10 g/litro)

25 La temperatura del contenido del recipiente de teñido se mantuvo a 80°C durante otros 25 minutos. Luego se drenó el recipiente de teñido de los contenidos de líquido. Luego se enjuagó el tejido usando cinco cargas separadas de agua (5 litros de agua desionizada a 20°C durante dos minutos). En el enjuague final, el pH del tinte se redujo a entre 6,0 y 7,0 con la adición de ácido acético (80% de grado técnico). Luego se drenó el recipiente de teñido del contenido líquido y se recuperó el tejido teñido y se secó al aire.

30 La estabilidad del color del tejido final se evaluó utilizando el procedimiento de prueba 8-2013 de la Asociación Americana de Químicos y Coloristas Textiles (AATCC) (Estabilidad del color a la mancha por frotamiento: Procedimiento de crockómetro AATCC) en muestras húmedas y secas. Los resultados fueron evaluados contra la escala de transferencia cromática AATCC. Ambas muestras se registraron con un grado de 4,5 que indica un nivel aceptablemente bajo de transferencia de tinte desde el tejido de prueba.

**Ejemplo 2** (ejemplo de referencia)

35 Un lote de 50 kg de tejido de microfibra de poliéster negro teñido (peso del tejido de 150 g/m<sup>2</sup>) que mostraba una inaceptable baja estabilidad del tinte se reprocesó para solucionar el problema.

El tejido se cargó en una máquina de teñido de alta temperatura Minitec3-1T de Fong. El tanque de servicio de la máquina se cargó con los siguientes componentes en el orden prescrito: -

- 40 Agua (20°C, desionizada) - 150 litros
- Hidróxido de sodio - 400 g
- Ácido ascórbico - 750 g

45 Una vez que el contenido del tanque de servicio se había disuelto completamente, los contenidos del tanque se cargaron en el circuito de tinte. Después de la carga, el sistema de bombeo de chorro de la máquina se activó para permitir la circulación del cable de tejido. La temperatura del contenido de la máquina se eleva usando el calentador incorporado a 90°C. La circulación del tejido se continuó durante un periodo de 60 minutos. Después de este tiempo, el sistema de bombeo de chorro de máquina se desactivó y la máquina se vació de líquido. La máquina se recargó mediante la adición de 200 litros de agua (20°C, desionizada) del tanque de servicio, después de lo cual se hizo circular el tejido con el sistema de bombeo por chorro durante 10 minutos. El pH del contenido de la máquina se ajustó luego a 7,0 mediante la adición de ácido acético (80% de grado técnico) a través del tanque de servicio

## ES 2 742 131 T3

(típicamente 24 g/litro). El contenido líquido de la máquina se drenó y el tejido se retiró a través de la puerta de servicio.

- 5 Después de secar al aire durante 48 horas, se evaluó la estabilidad del color del tejido final utilizando el procedimiento de prueba 8-2013 de la Asociación Americana de Químicos y Coloristas Textiles (AATCC) (Estabilidad del color a la mancha por frotamiento: Procedimiento de crockómetro AATCC) en muestras húmedas y secas. Los resultados fueron evaluados contra la escala de transferencia cromática AATCC. Ambas muestras se registraron con un grado de 5 que indica que no hay transferencia de tinte detectable desde la muestra.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para eliminar el exceso de tinte de tejido de poliéster teñido que comprende (a) agregar un agente de debilitamiento por reducción que es un ácido orgánico débil o una sal del mismo al tejido en un recipiente de teñido, (b) elevar la temperatura en el recipiente, (c) permitir que el ácido o la sal del mismo permanezcan en contacto con el tejido durante un período de tiempo, (c1) elevar el pH a entre pH 9 y pH 12, y (d) eliminar todo el líquido.
2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende la etapa adicional de eliminar el licor de tinte del recipiente de teñido antes de (a).
3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que en el paso (c) el ácido orgánico débil o la sal del mismo permanece en contacto con el tejido durante al menos 6 minutos, y/o hasta 60 minutos.
4. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que en la etapa (b) la temperatura en el recipiente se eleva a un valor en el intervalo de 60 a 100°C.
5. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el ácido orgánico débil se selecciona de aquellos que tienen al menos 4 átomos de carbono y un valor de  $pK_a$  o  $pK_{a1}$  de al menos 1.
6. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, en el que el ácido orgánico débil es ácido ascórbico o una sal del mismo.
7. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, en el que el ácido orgánico débil es ácido ascórbico.
8. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la sal del ácido orgánico débil se selecciona de una sal de metal alcalino, y se selecciona preferiblemente de una sal de sodio o potasio.
9. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende el paso adicional de enjuagar el tejido con agua a temperatura ambiente después de la eliminación de todo el líquido.
10. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que se usa un hidróxido alcalino para elevar el pH, que se selecciona preferiblemente de hidróxido de sodio, hidróxido de potasio o hidróxido de amonio.
11. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el ácido orgánico débil o la sal del mismo se agrega a una tasa de 80 g a 120 g por litro.
12. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el ácido orgánico débil o la sal del mismo se agrega a una tasa de 2 g a 50 g por litro, preferiblemente de 2 g a 10 g por litro, lo más preferiblemente 5 g por litro.
13. Uso de (i) un agente de debilitamiento por reducción que es un ácido orgánico débil, seguido de (ii) un hidróxido alcalino para elevar el pH entre pH 9 y pH 12, para eliminar el tinte del poliéster teñido.