



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ Número de publicación: **2 320 735**

⑮ Int. Cl.:

**D06P 5/06** (2006.01)

**D06P 5/08** (2006.01)

**D06P 1/52** (2006.01)

**C11D 3/00** (2006.01)

**C11D 3/37** (2006.01)

⑫

### TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑯ Número de solicitud europea: **01969318 .3**

⑯ Fecha de presentación : **26.06.2001**

⑯ Número de publicación de la solicitud: **1303665**

⑯ Fecha de publicación de la solicitud: **23.04.2003**

⑭ Título: **Método para tratar materiales de fibra textil.**

⑯ Prioridad: **04.07.2000 EP 00810581**  
**03.11.2000 CH 2156/00**

⑮ Titular/es: **Ciba Holding Inc.**  
**Klybeckstrasse 141**  
**4057 Basel, CH**

⑯ Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**28.05.2009**

⑯ Inventor/es: **Rohwer, Hauke;**  
**Dubini, Mario;**  
**Kvita, Petr y**  
**Kuratli, Rolf**

⑯ Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**28.05.2009**

⑯ Agente: **Isern Jara, Jorge**

ES 2 320 735 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

Método para tratar materiales de fibra textil.

5 El presente invento se refiere a un método para reducir pérdida de color o transferencia de color de materiales de fibra textil en el sector doméstico y también a formulaciones y agentes de fijación de color utilizados en este método.

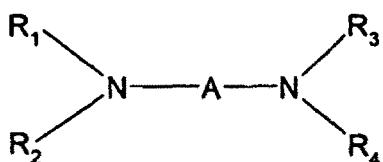
10 En métodos de lavado domésticos convencionales es un problema conocido la pérdida de color cuando se lavan textiles coloreados. Otro problema en este contexto es la transferencia de color cuando se lavan textiles coloreados junto con textiles blancos, o coloreados, especialmente textiles blancos o de color claro.

15 El objeto del presente invento es proporcionar un método mejorado, apropiado para el sector doméstico, con el cual puede reducirse adicionalmente la pérdida de color y la transferencia de color.

20 La EP-A-692 511 describe un método de conformidad con el cual se tiñen materiales fibrosos a escala industrial y luego se tratan con el producto de policondensación básico citado mas adelante, no obstante sin haberse neutralizado el producto de policondensación con un ácido. Se ha encontrado ahora, sorprendentemente, que el objeto expuesto puede obtenerse ampliamente utilizando productos de policondensación básicos que se neutralizan completa o parcialmente con un ácido inorgánico u orgánico.

25 La patente estadounidense nº 6.008.316 describe poliaminas diferentes de las del presente invento. En la patente estadounidense no se describe la neutralización o la neutralización parcial de la poliamina después de la polimerización.

30 El presente invento se refiere por tanto a un método para reducir pérdida de color o transferencia de color de materiales de fibra textil en el sector doméstico con un agente de fijación de color, caracterizado por tratar los materiales de fibra textil con un agente de fijación de color a base de productos de policondensación de una amina de fórmula



(1)

35 que se hace reaccionar con una sal de amonio en presencia de un disolvente no acuoso y el producto protonado obtenido se hace reaccionar con una cianamida a temperatura elevada, cuyos productos de policondensación se neutralizan completa

40 o parcialmente con un ácido inorgánico u orgánico,

45 siendo R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> cada uno independientemente de los otros hidrógeno o alquilo que está no sustituido o sustituido por amino, hidroxi, ciano o por alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> y siendo A alquileno opcionalmente sustituido o interrumpido por uno o mas heteroátomos.

50 En la fórmula (1) A es de preferencia alquileno C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente interrumpido por -O-, -S-, -NH- o por -N(alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)- y/o sustituido por hidroxi, especialmente alquileno C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub> interrumpido una o mas veces por -NH-.

55 R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> son cada uno, de preferencia, independientemente de los otros, hidrógeno o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>.

Ejemplos de compuestos apropiados de fórmula (1) son 1,4-butandiamina, 1,6-hexandiamina, dipropilentriamina, N-(2-aminoethyl)-1,3-propanodiamina, N,N-bis(2-aminopro-pil)metilamina, polietileniminas y polietilenpoliaminas tal como dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilen-pentamina y pentametilenhexamina.

55 Compuestos preferidos de fórmula (1) son polietilen-poliaminas y, entre estas, especialmente dietilentriamina. El número de unidades repetitivas de monómeros de fórmula (1) en los productos de policondensación básicos es, por ejemplo, de 4 a 100, especialmente de 4 a 50.

60 Cianamidas apropiadas son, por ejemplo, cianamida, diciandiamida, guanidina y biguanidina. Se da preferencia a diciandiamida.

65 Los agentes de fijación de colorante antes citados son conocidos, por ejemplo, por la EP-A-692 511 y pueden obtenerse con el método aquí descrito.

65 Se hace reaccionar una amia de fórmula (1) con una sal amónica en presencia de un disolvente no acuoso y el producto protonado se obtiene con una cianamida a temperatura elevada.

## ES 2 320 735 T3

Sales de amonio apropiadas son, por ejemplo, sales de amonio de ácidos orgánicos o inorgánicos, por ejemplo cloruro amónico, sulfato amónico, carbonato amónico, formato amónico y acetato amónico, especialmente cloruro amónico.

5 Disolventes no acuosos apropiados son, por ejemplo, disolventes conteniendo grupo hidroxilo, por ejemplo etilen-glicol, 1,2- o 1,3-propilenglicol, butilenglicol, di-, tri- o tetra-etilenglicol y sus éteres, y polietilenglicoles que tienen un peso molecular de, por ejemplo, de 600 a 5000 y sus mezclas.

10 La amina de fórmula (1) y la sal amónica se utilizan en una relación molar de, por ejemplo, de 1:0,1 a 1:2,5, de preferencia de 1:0,7 a 1:2. La cantidad de disolvente conteniendo grupo hidroxilo puede variar dentro de amplios límites y es, por ejemplo, de 0,2 a 20 mol, y de preferencia de 0,4 a 5 mol, por mol de compuesto de fórmula (1).

15 La reacción de la amina de fórmula (1) con la sal amónica se lleva a cabo, especialmente a temperatura elevada, por ejemplo de 80 a 200°C, especialmente entre 100 y 160°C. Por ejemplo, la amina de fórmula (1) se introduce en el disolvente conteniendo grupo hidroxilo o mezcla disolvente y se dosifica el compuesto de amonio; la etapa reacional se lleva a cabo, ventajosamente, bajo condiciones inertes, por ejemplo bajo una atmósfera de nitrógeno.

20 El producto protonado obtenido se hace reaccionar luego con, por ejemplo, de 0,5 a 2 mol y de preferencia de 0,8 a 1,5 mol, de cianamida por mol de compuesto de partida de fórmula (1). La reacción se lleva a cabo, por ejemplo, en presencia de uno o mas de los disolventes conteniendo grupo hidroxilo antes citados a temperatura elevada, por ejemplo entre 80 y 250°C y especialmente entre 140 y 220°C. A temperatura ambiente los productos de reacción son generalmente fundentes sólidos con propiedades básicas, que dan soluciones claras en agua.

25 La neutralización con un ácido inorgánico u orgánico se lleva a cabo, por ejemplo, en un medio acuoso, llevándose a cabo así la adición de ácido de modo que el pH se ajuste a, por ejemplo, de 2 a 12, de preferencia de 3 a 10 y especialmente de 4 a 8. Se da especial preferencia a una cantidad de ácido por medio de la cual el pH se ajuste a alrededor de 7.

30 Ácidos inorgánicos u orgánicos apropiados son, por ejemplo, ácidos mono- o poli-carboxílicos, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, ácido sulfúrico o una mezcla de por lo menos dos de estos ácidos. Se da preferencia a ácidos orgánicos. Ejemplos de ácidos orgánicos que pueden citarse son ácido oxálico, ácido tartárico, ácido acético, ácido propiónico, ácido succínico, ácido maleico, ácido cítrico, ácido fórmico, ácido glucónico, ácido p-toluensulfónico, ácido tereftálico, ácido benzoico, ácido ftálico, ácido acrílico y ácido poliacrílico. Son de especial interés ácidos carboxílicos alifáticos, especialmente los que tienen un total de 1 a 12 átomos de carbono. Ácidos preferidos son ácidos mono o poli-carboxílicos C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub> alifáticos, siendo los ácidos monocarboxílicos los que tienen un total de por lo menos 3 átomos de carbono. Sustituyentes apropiados de los ácidos carboxílicos son, por ejemplo, hidroxi y amino, especialmente hidroxi. Son también de interés mezclas de dichos ácidos; por ejemplo puede citarse la mezcla de ácido maleico y ácido propiónico.

40 Se da especial preferencia a ácidos policarboxílicos C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub> alifáticos, especialmente ácidos policarboxílicos C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> alifáticos. Se da muy especial preferencia a ácidos policarboxílicos C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> alifáticos hidroxi-sustituidos.

45 Los agentes de fijación de colorante se utilizan generalmente en forma acuosa líquida. Para neutralización de los productos de policondensación básicos es posible por consiguiente, proceder, por ejemplo, primero a la preparación de una composición acuosa líquida relativamente concentrada. Para esta finalidad puede mezclarse entre sí el producto de policondensación básico, el ácido, agua y, opcionalmente, un disolvente orgánico miscible en agua. Se da preferencia al uso de 0,1 a 70% en peso, especialmente de 0,5 a 70% en peso y preferentemente de 1 a 60% en peso de agente de fijación de colorante, basado en el peso total de la solución. Se da especial preferencia al uso de 5 a 50% en peso, especialmente de 15 a 50% en peso, del agente de fijación de colorante. La cantidad de ácido se elige de modo que el pH de la solución se ajuste a, por ejemplo, de 2 a 12, de preferencia de 3 a 10 y especialmente de 4 a 8. Se da especial preferencia a una cantidad de ácido por medio de la cual el pH se ajuste hasta alrededor de 7. Disolventes orgánicos miscible en agua apropiados son, por ejemplo, disolvente conteniendo grupo hidroxilo apropiados, tal como metanol o etanol y también éter. Se da preferencia a la preparación de la solución sin disolventes orgánicos.

55 En adición estas soluciones concentradas puede comprender también otros aditivos usuales tales como esencias de perfume, agentes reguladores de espuma, espesantes, agentes microbicidas, agentes acompañantes, absorbedores UV y, especialmente, agentes de blanqueo.

60 Las soluciones de productos de policondensación básicos completa o parcialmente neutralizados son de preferencia soluciones estables al almacenamiento claras.

Las soluciones concentradas pueden utilizarse directamente o tratarse adicionalmente antes de la aplicación.

65 Ejemplos de otros tratamientos son ulterior dilución, especialmente con agua, e incorporación en una composición de lavado o composición ablandadora de tejido. En adición puede citarse secado por pulverización, granulación, micro-encapsulación, aplicación a materiales de vehículo sólidos (por ejemplo a partículas de sólidos tal como zeolita o gel de sílice, o aplicación a textiles que se adicionan durante el proceso de lavado o pre- o post-lavado).

## ES 2 320 735 T3

Se da preferencia a aplicación a partir de un baño acuoso. Esta aplicación se lleva a cabo, de preferencia como parte del proceso de lavado para dichos materiales, especialmente los materiales de fibra textil. El tratamiento puede llevarse a cabo antes del proceso de lavado, durante o, especialmente, después del proceso de lavado.

5 Por ejemplo, antes del proceso de lavado los materiales de fibra textil pueden pre-tratarse en un baño acuoso con el agente de fijación de colorante. Este pre-tratamiento puede llevarse a cabo, por ejemplo, en un baño separado o alternativamente en la máquina de lavado. Temperaturas ventajosas para este tratamiento están, por ejemplo, en la gama de 5 a 80°C, de preferencia entre 10 y 60°C y especialmente entre 10 y 40°C. La concentración del agente de fijación en el baño está, por ejemplo, en la gama de 0,01 a 20 g/litro, de preferencia de 0,05 a 10 g/litro y especialmente de 0,1 a 5 g/litro.

10 Además, durante el proceso de lavado los materiales de fibra textil pueden tratarse en un baño acuoso con el agente de fijación de colorante; este tratamiento se lleva a cabo, generalmente en la máquina de lavado. Temperaturas ventajosas para este tratamiento están, por ejemplo, en la gama de 5 a 100°C, de preferencia entre 10 y 80°C y especialmente entre 20 y 60°C. La concentración del agente de fijación en el baño está, por ejemplo, en la gama de 0,01 a 20 g/litro, de preferencia de 0,05 a 10 g/litro y especialmente de 0,1 a 5 g/litro.

15 Además, después del proceso de lavado el material de fibra textil puede tratarse en un baño acuoso con el agente de fijación de colorante y una composición ablandadora de tejido, o una composición ablandadora de tejido que comprenda el agente de fijación de colorante. Alternativamente, este tratamiento puede llevarse a cabo también sin que esté presente una composición de ablandado de tejido. Temperaturas ventajosas para estos tratamientos están, por ejemplo, en la gama de 5 a 80°C, de preferencia entre 10 y 60°C y especialmente entre 10 y 40°C. La concentración del agente de fijación en el baño está, por ejemplo, en la gama de 0,01 a 20 g/litro, de preferencia de 0,05 a 10 g/litro y especialmente de 0,1 a 5 g/litro.

20 25 Composiciones de lavado apropiadas y composiciones de ablandado de tejido son composiciones de lavado y composiciones de ablandado de tejido que se encuentran en el comercio en forma sólida o líquida.

30 Puede hacerse mención de los siguientes como componentes convencionales de composiciones de lavado: formadores (por ejemplo zeolitas/silicatos de capas), polímeros (co-formadores), agentes de blanqueo y sistemas de blanqueo (por ejemplo perborato/percarbonato mas TAED), agentes de blanqueo fluorescentes, inhibidores de agrisado, enzimas, fragancias y/o colorantes, tensoactivos del tipo de alquil bencensulfonato (LAS), sulfatos de alcohol graso, jabones y etoxilatos de alcohol graso. Además pueden utilizarse policarboxilatos (ácidos poliacrílicos) para mejorar el resultado de lavado y la capacidad de acomplejamiento de calcio, e inhibidores de espuma (compuestos de silicona/parafina) pueden utilizarse para reducir la espuma.

35 Puede hacerse mención de los siguientes como componentes convencionales de composiciones ablandadoras de tejido: alcoholes, por ejemplo etanol, n-propanol, isopropanol, alcoholes polihídricos, por ejemplo glicerol y propilenglicol; tensoactivos anfotéricos y no-iónicos, por ejemplo derivados de carboxilo de imidazol, alcoholes gramos etoxilados, aceite de ricino hidrogenado y etoxilado, alquil poliglicósidos, por ejemplo decil poliglucosa y dodecil poliglucosa, alcoholes gramos, ésteres de ácido graso, ácidos gramos, glicéridos de ácido graso etoxilado o glicéridos parciales de ácido graso; asimismo, cantidades relativamente pequeñas de colorantes, perfumes, sustancias tampón, sales inorgánicas u orgánicas, por ejemplo potasio acuoso soluble, sales de sodio o magnesio, disolventes no acuosos, tampones de pH, perfumes, colorantes, agentes hidrotrópicos, antiespumantes, inhibidores de corrosión, agentes anti-redepositión, reguladores de viscosidad, especialmente poliméricos u otros espesantes, estabilizantes, enzimas, agentes de blanqueo fluorescentes, agentes anti-encogimiento, agentes antimancha, agentes antimicrobianos, germicidas, fungicidas, antioxidantes, inhibidores de corrosión y agentes anti-arrugas.

40 45 50 En caso de que el agente de fijación sea un constituyente de la composición de lavado o composición ablandadora de tejido, el contenido de agente de fijación está en la gama de, por ejemplo, 0,01 a 10% en peso, de preferencia de 0,05 a 6% en peso y especialmente de 0,05 a 4% en peso, basado en el peso total de la composición de lavado o composición de ablandado de tejido, dándose preferencia en este caso a composiciones de lavado y ablandadoras de tejido líquidas.

55 El agente de fijación puede aplicarse también directamente, por ejemplo aplicando una solución acuosa, o sea por medio de una esponja o paño o mediante pulverización. La composición puede aplicarse también en forma de una pasta o un polvo. Un proceso de esta índole es especialmente apropiado cuando se tratan superficies compuestas de materiales de fibra textil.

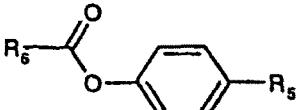
60 De conformidad con una modalidad preferida el agente de fijación se utiliza junto con un agente de blanqueo.

Agentes de blanqueo apropiados son agentes de blanqueo líquidos y sólidos. Los componentes de peróxido apropiados incluyen, por ejemplo, los peróxidos orgánicos e inorgánicos conocidos en la literatura y disponibles en el comercio que blanquean materiales textiles a temperaturas de lavado convencionales, por ejemplo entre 10 y 95°C.

65 Los peróxidos orgánicos son, por ejemplo mono- o poli-peróxidos, especialmente perecidos orgánicos o sus sales, tales como ácido ftalimidoperoxicaproico, ácido peroxy-benzoico, ácido diperoxidodecadioico, ácido diperoxino-nandioico, ácido diperoxidecadioico, ácido diperoxifáltico o sus sales.

Sin embargo se da preferencia al uso de peróxidos inorgánicos, por ejemplo persulfatos, perboratos, percarbonatos y/o persilicatos. Pueden utilizarse también, evidentemente, mezclas de peróxidos inorgánicos y/u orgánicos. Los peróxidos pueden adoptar una variedad de formas cristalinas y pueden tener diferentes contenidos de agua y estos pueden utilizarse también junto con otros compuestos inorgánicos u orgánicos para mejorar su estabilidad al almacenamiento.

5 Otros ingredientes activos de activación de blanqueo son sales de metales de transición y complejos conocidos y/o activadores de blanqueo convencionales; o sea compuestos que, bajo condiciones de perhidrólisis, dan ácidos perbenzo- y/o peroxy-carboxílicos no sustituidos o sustituidos que tienen de 1 a 10 átomos de carbono, especialmente de 2 a 4 átomos de carbono. Compuestos apropiados incluyen los activadores de blanqueo usuales antes citados que  
10 comportan grupos O- y/o N-acilo que tienen dicho número de átomos de carbono y/o grupos benzoilo no sustituidos o sustituidos. Se da preferencia a alquilendiaminas poliaciladas, especialmente tetraacetiletilendiamina (TAED), glicolurilos acilados, especialmente tetraacetilglicolurilo (TAGU), N,N-diacyl-N,N-dimetil-urea (DDU), derivados de triacina acilados, especialmente 1,5-diacetil-2,4-dioxohexahidro-1,3,5-triacina (DADHT), compuestos de fórmula (2)

15  (2),

20 en donde R<sub>5</sub> es un grupo sulfonato, un grupo de ácido carboxílico o un grupo carboxilato, y en donde R<sub>6</sub> es alquilo C<sub>7</sub>-C<sub>15</sub> lineal o ramificado; también activadores que se conocen con los nombres de SNOBS, SLOBS y DOBA, alcoholes polihídricos acilados, especialmente triacetina, diacetato de etilenglicol y 2,5-diacetoxi-2,5-dihidrofuran y sorbitol y manitol acetilado y derivados de azúcar acilados, especialmente pentaacetilglucosa (PAG), poliacetato de sucrosa (SUPA), pentaacetilfructosa, tetraacetilxilosa y octaacetil-lactosa, y glucamina y gluconolactona acetiladas, opcionalmente N-alquiladas. Pueden utilizarse también las combinaciones de activadores de blanqueo convencionales descritos en la patente alemana DE-A-44 43 177. Son también apropiados como activadores de blanqueo compuestos de nitrilo que forman ácidos perimínicos con peróxidos. Pueden mencionarse también hipoclorito sódico, agua de Javelle y peróxido de hidrógeno.

25 30 Los agentes de blanqueo se utilizan, de preferencia como un constituyente adicional de las formulaciones acuosas líquidas del agente de fijación de colorante que se han citado antes. Las definiciones y significados preferidos citados anteriormente son aplicables a estas formulaciones acuosas líquidas; las definiciones y significados preferidos citados anteriormente son aplicables a los agentes de fijación de colorante. Son también de especial interés en este contexto agentes de fijación de colorante que se han neutralizado completamente o parcialmente con ácido acético.

35 40 La concentración de agentes de blanqueo puede variar dentro de amplios límites y se encuentra de preferencia entre 0,1 y 25% en peso, especialmente entre 0,5 y 20% en peso y mas especialmente entre 0,5 y 10% en peso, basado en el peso total de la formulación. Como un límite inferior se da preferencia a una cantidad de 1% en peso, especialmente 2% en peso. En adición es evidentemente también posible, la aplicación por separado del agente de blanqueo y el agente de fijación de colorante. Métodos de aplicación apropiados incluyen los anteriormente citados. La aplicación puede llevarse a cabo, por ejemplo, antes del proceso de lavado, durante o después del proceso de lavado, de preferencia durante el proceso de lavado. Un agente de fijación de colorante que comprende un agente de blanqueo no es, de preferencia, un constituyente de una composición de lavado o de ablandador de tejido.

45 Materiales de fibra textil apropiados son, por ejemplo, materiales de fibra conteniendo grupo hidroxi y grupo amino. Ejemplos que pueden citarse incluyen poliamida, lana y, especialmente celulosa natural o regenerada.

50 El presente invento se refiere también a formulaciones de lavado y formulaciones ablandadoras de tejido para reducir pérdida de colorante o transferencia de colorante de los materiales de fibra textil o cuero en el sector doméstico que comprende el agente fijación de colorante antes citado. Las definiciones y significados preferidos antes citados son aquí aplicables.

55 El presente invento se refiere además a agentes de fijación de colorante basado en productos de policondensación básicos de una amina de fórmula (1) que se hace reaccionar con una sal de amonio en presencia de un disolvente no acuoso y se hace reaccionar el producto protonado con una cianamida a temperatura elevada, cuyos productos de policondensación se neutralizan completa o parcialmente con un ácido mono- o poli-carboxílico C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub> alifático distinto de ácido acético. Las definiciones y significados preferidos citados antes también aquí son aplicables.

60 Los materiales tratados de conformidad con el método del invento exhiben transferencia de colorante significativamente reducida sobre otros materiales, por ejemplo materiales sin teñir o materiales teñidos en tonos distintos o claros, siendo retenido dicho efecto casi completamente aún después de varios lavados sin tratamiento renovado. Como resultado el tono de color de los materiales teñidos, además permanece ampliamente sin modificación aún después de varios lavados. Si se desea los agentes de fijación de colorante pueden formularse también sin la adición, de otro modo usual, de tensoactivos, por ejemplo en forma de soluciones acuosas, siendo este especialmente el caso para el tratamiento antes o después de lavado. La presencia de tensoactivos, que de otro modo se utilizan con frecuencia para la formulación de los agentes de fijación de colorante, es por consiguiente innecesaria. Además los agentes de fijación

# ES 2 320 735 T3

de colorante pueden combinarse sorprendentemente bien con agentes de blanqueo, lo que facilita por consiguiente su aplicación junto con agentes de blanqueo. Además, los agentes de fijación de colorante pueden combinarse muy bien con composiciones de lavado y ablandadoras de tejido que se encuentran en el comercio.

5 Los ejemplos que siguen ilustran el invento. Las partes denotan partes en peso a menos que se indique de otro modo.

## Ejemplo 1

10 a) Se introducen 206,4 partes de dietilentriamina y 455,6 partes de etilenglicol a temperatura ambiente en un reactor bajo una atmósfera de gas inerte y se calienta hasta 120°C bajo una suave corriente de nitrógeno. Luego se adiciona en porciones, durante el curso de una hora, 128 partes de cloruro amónico de modo que la temperatura interna permanezca a 118°C. Después de completada la adición se calienta la mezcla reaccional hasta 160°C y se adicionan así 218 partes de diciandiamida bajo condiciones inertes durante el curso de una hora de modo que la temperatura interna permanezca por encima de 155°C. Luego se calienta la mezcla entre 180 y 210°C y se mantiene a esta temperatura durante alrededor de 1 y 5 horas. Por último se adicionan 200 partes de agua desionizada durante el curso de alrededor de 20 a 25 minutos, y se obtienen 665 partes de una solución con un contenido de sólidos seco del 70%.

20 b) Se diluyen 200 partes de una mezcla reaccional de conformidad con a) con 80 partes de agua desionizada. A 90°C se adiciona durante el curso de 10 minutos 11,5 partes de ácido fosfórico. Después de completada la adición se enfriá la mezcla hasta temperatura ambiente, con agitación. Se obtiene un líquido amarillo claro con un pH de 7,21, que se ajusta con agua desionizada hasta una concentración final del 1% en peso del agente de fijación de colorante, basado en el peso total de la solución.

25 Ejemplo 2

30 Se diluyen 558,7 partes de una mezcla reaccional obtenido de conformidad con el ejemplo 1a) con 206,6 partes de agua desionizada. A 50°C se adiciona durante el curso de 12 minutos 32,5 partes de ácido acético. Después de completada la adición se enfriá la mezcla hasta temperatura ambiente con agitación. Se obtiene un líquido amarillo claro límpido con un pH de 7,24, que se ajusta con agua desionizada hasta una concentración final del 1% en peso del agente de fijación de colorante, basado en el peso total de la solución.

## Ejemplos 3 a 11

35 Procediendo como se ha descrito en el ejemplo 1, pero utilizando, en lugar de 11,5 partes de ácido fosfórico, una cantidad apropiada de ácido oxálico, ácido propiónico, ácido succínico, ácido maleíco, ácido glucónico, ácido sulfúrico, ácido benzoico o ácido acrílico requerido para ajustar el pH a 7,2, se obtienen soluciones análogas.

## Ejemplo 12

40 a) Un tejido de algodón teñido con el colorante C.I. Direct Blue 78 se pre-trata en un baño acuoso conteniendo 18 g/litro de la solución de agente de fijación obtenible de conformidad con el ejemplo 1, a una temperatura de 25°C y una relación de licor de 10:1 durante 5 minutos. El tejido de algodón se exprime y se seca a 60°C.

45 El tejido de algodón pre-tratado de este modo se lava junto con un tejido de algodón sin teñir blanco, utilizando 10 g/litro de una composición de lavado corriente (composición de lavado corriente exenta de fosfato ECE (456 IEC) EMPA, Suiza) a una temperatura de 40°C y una relación de licor de 15:1 durante 15 minutos. Los tejidos de algodón se lavan juego con agua del grifo, se exprimen y se secan a una temperatura de 60°C.

50 b) El procedimiento es como se ha descrito bajo a), pero el tejido de algodón teñido no se pre-trata con el agente de fijación de colorante.

55 El tejido de algodón sin teñir obtenido de conformidad con a) exhibe significantemente menos manchado que el tejido de algodón sin teñir obtenido de conformidad con b).

## Ejemplos 13 a 22

60 Procediendo como se ha descrito en el ejemplo 12, pero utilizando, en lugar de la solución del agente de fijación de colorante de conformidad con el ejemplo 1, una solución de conformidad con uno de los ejemplos 2 a 11, se obtienen resultados análogos.

## Ejemplo 23

65 a) Un tejido de algodón teñido con el colorante C.I. Direct Blue 78 se introduce junto con un tejido de algodón sin teñir blanco en un baño de lavado conteniendo 30 g de una composición de lavado corriente líquida y 30 g de formulación A (o B o C) descrita a continuación por kg de tejido de algodón y se lava a una temperatura de 25°C y en una relación de licor de 10:1 durante 20 minutos. El tejido de algodón se lava luego con agua del grifo, se exprime y se seca a temperatura de 60°C.

# ES 2 320 735 T3

## b) Composición de las formulaciones utilizadas

	<u>Formulación A</u>	<u>Formulación B</u>	<u>Formulación C</u>
5	Peroxido de hidrógeno	----	6% en peso
10	Agente de fijación de colorante	----	2,5% en peso
15	Agua (desionizada)	hasta 100% en peso	hasta 100% en peso
20	pH	5,2	5,3

El ajuste del pH se lleva a cabo en cada caso utilizando ácido clorhídrico. Se utiliza una composición obtenible de conformidad con el ejemplo 2 como el agente de fijación de colorante, si bien se ajusta con agua desionizada hasta una concentración final del 33% en peso del agente de fijación de colorante.

El tejido de algodón sin teñir obtenido de conformidad con a) exhibe significantemente menos manchado cuando se utiliza la formulación C que el tejido de algodón sin teñir obtenido cuando se usa la formulación A o B.

Se obtienen resultados análogos cuando, en lugar de un tejido de algodón teñido con el colorante C.I. Direct Blue 78, se utiliza un tejido de algodón teñido con el colorante C.I. Direct Red 227, C.I. Direct Violet 66 o C.I. Direct Yellow 106.

## 35 Ejemplo 24

a) El tratamiento que sigue se llevó a cabo cinco veces utilizando el mismo tejido de algodón teñido pero para cada nuevo ciclo se utilizó un nuevo tejido de algodón sin teñir:

40 Se lava un tejido de algodón teñido con el colorante C.I. Direct Blue 78 junto con un tejido de algodón sin teñir blanco utilizando 3,8 g/litro de una composición de lavado corriente (composición de lavado corriente ECE 77) a una temperatura de 25°C y una relación de licor de 40:1 (agua del grifo) durante 10 minutos, luego se lava con agua del grifo en una relación de licor de 40:1 durante 5 minutos y luego se retuerce.

45 Los tejidos de algodón se lavan luego durante 5 minutos a una temperatura de 25°C y en una relación de licor de 40:1 utilizando agua del grifo y 2 g/litro de una composición de ablandamiento de tejido que se encuentra en el comercio que comprende, en adición, 1% en peso de la solución de agente de fijación obtenido de conformidad con el ejemplo 1. Los tejidos de algodón se centrifugan luego y se secan a una temperatura de 60°C.

50 b) El procedimiento es como se describe bajo a), pero no se utiliza agente de fijación de colorante.

El tejido de algodón sin teñir obtenido de conformidad con a) exhibe, en todos los casos, significativamente menos manchado que el tejido de algodón sin teñir correspondiente obtenido de conformidad con b).

## 55 Ejemplo 25

a) Un tejido de algodón teñido con el colorante C.I. Direct Blue 78 se pre-trata en un baño acuoso contenido 2 g/litro (o 10 g/litro) de una composición de ablandamiento de tejido disponible en el comercio contenido, en adición, 1% en peso de la solución de agente de fijación obtenible de conformidad con el ejemplo 1, a una temperatura de 25°C y en una relación de licor de 40:1 durante 5 minutos. El tejido de algodón se centrifuga luego y se seca a una temperatura de 60°C.

El tratamiento que sigue se lleva a cabo cinco veces utilizando el mismo tejido de algodón teñido pero para cada nuevo ciclo se utiliza un nuevo tejido de algodón sin teñir:

65 El tejido de algodón pre-tratado como se ha descrito antes se lava junto con un tejido de algodón sin teñir blanco utilizando 3,8 g/litro de una composición de lavado corriente (composición de lavado corriente ECE 77) a una temperatura de 25°C en una relación de licor de 40:1 (agua del grifo) durante 10 minutos, luego se enjuaga con agua del

## ES 2 320 735 T3

grifo en una relación de licor de 40:1 durante 5 minutos y luego se retuerce. Los tejidos de algodón se lavan luego durante 5 minutos a una temperatura de 25°C y en una relación de licor de 40:1 utilizando agua del grifo y 2 g/litro de una composición de ablandamiento de tejido que se encuentra en el mercado contenido, en adición, 1% en peso de la solución de agente de fijación obtenible de conformidad con el ejemplo 1. Los tejidos de algodón se centrifugan 5 luego y se secan a una temperatura de 60°C.

b) Se utiliza el procedimiento como se ha descrito bajo a), pero sin agente de fijación de colorante.

10 El tejido de algodón sin teñir obtenido de conformidad con a) exhibe, en todos los casos, significativamente menos manchado que el correspondiente tejido de algodón sin teñir obtenido de conformidad con b).

### Ejemplo 26

15 a) Se lavan 5 g de un tejido de algodón con el colorante C.I. Direct Blue 78 junto con 5 g de un tejido de algodón sin teñir blanco, utilizando 1,5 g/litro de composición de lavado corriente contenido 1,65% en peso (o 3,3% o 13,3% en peso) de la solución de agente de fijación obtenible de conformidad con el ejemplo 1, a una temperatura de 40°C y en una relación de licor de 15:1 (agua del grifo) durante 15 minutos y luego se lava con agua del grifo en una relación de licor de 40:1 durante 5 minutos. Los tejidos de algodón se centrifugan luego y se secan a una temperatura de 60°C.

20 b) El procedimiento es como se describe bajo a), pero no se utiliza agente de fijación de colorante.

El tejido de algodón sin teñir obtenido de conformidad con a) exhibe, en todos los casos, significativamente menos manchado que el correspondiente tejido de algodón sin teñir obtenido de conformidad con b).

25 Formulación de la composición de lavado utilizada:

- 7,5% en peso alquil bencensulfonato

- 17% en peso alquil éter sulfato

30 - 12,5% en peso ácido laúrico

- 10% en peso Dobano® 23,6,5 (tensoactivo no iónico basado en etoxilato de alcohol graso)

35 - 5,5% en peso citrato trisódico

- 0,7% en peso cloruro de alquiltrimetilamonio

40 - 6,0% en peso etanol

- 6,0% en peso isopropanol

- 5,2% en peso hidróxido potásico

45 - la cantidad apropiada del agente de fijación de color antes citado (0, 1,65, 3,3 o 13,3% en peso), y

- una cantidad de agua para completar el 100% en peso.

50

55

60

65

## REIVINDICACIONES

5 1. Un método para reducir pérdida de color o transferencia de color de materiales de fibra textil en el sector doméstico con un agente de fijación de color, **caracterizado** por tratar los materiales de fibra textil con un agente de fijación de color a base de productos de policondensación de una amina de fórmula



20 que se hace reaccionar con una sal de amonio en presencia de un disolvente no acuoso y el producto protonado obtenido se hace reaccionar con una cianamida a temperatura elevada, cuyos productos de policondensación se neutralizan completa o parcialmente con un ácido inorgánico u orgánico,

25 siendo R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> cada uno independientemente de los otros hidrógeno o alquilo que está no sustituido o sustituido por amino, hidroxi, ciano o por alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> y siendo A alquíleno opcionalmente sustituido o interrumpido por uno o mas heteroátomos.

25 2. Un método, de conformidad con la reivindicación 1, en donde A es alquíleno C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente interrumpido por -O-, -S-, -NH- o por -N(alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)- y/o sustituido por hidroxi, especialmente alquíleno C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub> interrumpido una o mas veces por -NH-.

30 3. Un método, de conformidad con la reivindicación 1 o reivindicación 2, en donde el compuesto de fórmula (1) es una polietilenopoliamina, especialmente dieta-lentriamina.

4. Un método, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la cianamida es dicianamida.

35 5. Un método, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el ácido inorgánico u orgánico es un ácido mono- o poli-carboxílico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, ácido sulfúrico o una mezcla de por lo menos dos de estos ácidos.

40 6. Un método, de conformidad con la reivindicación 5, en donde el ácido es un ácido mono- o poli-carboxílico C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub> alifático.

7. Un método, de conformidad con la reivindicación 5, en donde el ácido es un ácido policarboxílico C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>, especialmente un ácido policarboxílico C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> alifático.

45 8. Un método, de conformidad con la reivindicación 5, en donde el ácido es un ácido policarboxílico C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> alifático hidroxi-sustituido.

9. Un método, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde el agente de fijación de color se utiliza junto con un agente de blanqueo.

50 10. Un método, de conformidad con la reivindicación 9, en donde se utiliza como el agente de blanqueo un peróxido, especialmente peróxido de hidrógeno.

55 11. Un método, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde el método se lleva a cabo sin estar presentes tensoactivos.

12. Un método, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en donde antes del proceso de lavado los materiales de fibra textil se pre-tratan en un baño acuoso con agente de fijación de colorante.

60 13. Un método, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde durante el proceso de lavado se tratan los materiales de fibra textil en un baño acuoso con el agente de fijación de color, junto con una composición de lavado o como constituyente de una composición de lavado.

65 14. Un método, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en donde después del proceso de lavado se tratan los materiales de fibra textil en un baño acuoso con el agente de fijación de colorante sin estar presente una composición de ablandado de tejido.

15. Un método, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde después del proceso de lavado se tratan los materiales de fibra textil en un baño acuoso con el agente de fijación de colorante junto con una composición de ablandado de tejido o como un constituyente de una composición de ablandado de tejido.

5 16. Una formulación de lavado para reducir la perdida de color o transferencia de color de materiales de fibra textil en el sector doméstico, que comprende un agente de fijación de color basado en productos de policondensación básicos de una amina de fórmula



20 que se hace reaccionar con una sal de amonio en presencia de un disolvente no acuoso y el producto protonado obtenido se hace reaccionar con una cianamida a temperatura elevada, cuyos productos de policondensación se neutralizan completa o parcialmente con un ácido inorgánico u orgánico,

25 siendo R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> cada uno independientemente de los otros hidrógeno o alquilo que está no sustituido o sustituido por amino, hidroxi, ciano o por alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> y siendo A alquíleno opcionalmente sustituido o interrumpido por uno o mas heteroátomos.

17. Una formulación, de conformidad con la reivindicación 16, en donde el ácido es un ácido mono- o poli-  
carboxílico C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub> alifático.

30 18. Una formulación, de conformidad con la reivindicación 16, en donde el ácido es un ácido policarboxílico C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>, especialmente un ácido policarboxílico C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> alifático.

35 19. Una formulación, de conformidad con la reivindicación 16, en donde el ácido es un ácido policarboxílico C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> alifático hidroxi-sustituido.

20. Una formulación ablandadora de tejido para reducir la pérdida de color o transferencia de color de materiales de fibra textiles en el sector doméstico, que comprende

40 un agente de fijación de color basado en productos de policondensación básicos de una amina de fórmula



que se hace reaccionar con una sal de amonio en presencia de un disolvente no acuoso y el producto protonado obtenido se hace reaccionar con una cianamida a temperatura elevada, cuyos productos de policondensación se neutralizan completa o parcialmente con un ácido inorgánico u orgánico,

55 siendo R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> cada uno independientemente de los otros hidrógeno o alquilo que está no sustituido o sustituido por amino, hidroxi, ciano o por alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> y siendo A alquíleno opcionalmente sustituido o interrumpido por uno o mas heteroátomos.

60 21. Una formulación, de conformidad con la reivindicación 20, en donde el ácido es un ácido mono- o poli-  
carboxílico C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub> alifático.

22. Una formulación, de conformidad con la reivindicación 20, en donde el ácido es un ácido policarboxílico C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>, especialmente un ácido policarboxílico C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> alifático.

65 23. Una formulación, de conformidad con la reivindicación 20, en donde el ácido es un ácido policarboxílico C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> alifático hidroxi-sustituido.

24. Un agente de fijación de colorante a base de productos de policondensación básicos de una amina de fórmula



10 que se hace reaccionar con una sal de amonio en presencia de un disolvente no acuoso y el producto protonado obtenido se hace reaccionar con una cianamida a temperatura elevada, cuyos productos de policondensación se neutralizan completa o parcialmente con un ácido mono- o poli-carboxílico C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub> alifático distinto de ácido acético,

15 siendo R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> cada uno independientemente de los otros hidrógeno o alquilo que está no sustituido o sustituido por amino, hidroxi, ciano o por alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> y siendo A alquíleno opcionalmente sustituido o interrumpido por uno o mas heteroátomos.

20 25. Un agente de fijación de colorante, de conformidad con la reivindicación 24, en donde el ácido es un ácido policarboxílico C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> alifático.

26. Un agente de fijación de colorante, de conformidad con la reivindicación 24, en donde el ácido es un ácido policarboxílico C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> alifático hidroxi-sustituido.

25

30

35

40

45

50

55

60

65