

**DESCRIÇÃO  
DA  
PATENTE DE INVENÇÃO**

**N.º 85094**

**REQUERENTE: CIBA-GEIGY AG., suíça, com sede em Klybecks-trasse 141, 4002, Basileia, Suiça.**

**EPÍGRAFE: "PROCESSO PARA O PÓS-TRATAMENTO DE MATERIAL DE FIBRA, CELULÓSICO, TINGIDO.**

**INVENTORES:**

**Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4º da Convenção de Paris de 20 de Março de 1883. Suíça, 17 de Junho de 1986, sob o nº 2437/86-8.**

16. JUN. 1967  
*W. J.*

1

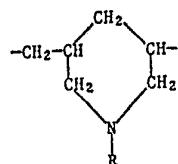
## - R E S U M O -

## "PROCESSO PARA O PÓS-TRATAMENTO DE MATERIAL DE FIBRA, CELULÓSICO, TINGIDO"

5 A presente invenção refere-se a um processo para o pós-tratamento de material de fibra, celulósico, tingido para o melhoramento das propriedades de resistência à humidade, compreendendo o uso de um licor aquoso que contém um composto de amónio poliquaternário, obtido pela reacção de uma epi-halidrina com um polímero linear que tem unidades de repetição da fórmula

15

(1)



20

em que R é alquilo- $\text{C}_1\text{-C}_6$ .

25

30

35

58.158

Case 1-15958/+  
*ul 97*

1

Descrição do objecto do invento  
que

5

CIBA-GEIGY AG. suíça, industrial, com sede em Klybeckstrasse 141, 4002 Basileia, Suiça, pretende obter em Portugal, para: "PROCESSO PARA O PÓS-TRATAMENTO DE MATERIAL DE FIBRA, CELULÓSICO, TINGIDO"

10

15

O presente invento refere-se a um processo para o pós-tratamento de material de fibra, celulósico, tingido, em particular, material textil celulósico.

20

Os tingimentos e estampagens com corantes vigorosos apresentam muitas vezes uma resistência insuficiente à humidade, em particular, resistência à lavagem e resistência à água. O corante, que está covalentemente ligado à superfície da celulose, pode ser outra vez eliminado devido a operações sucessivas de lavagem e o corante extraído pode ser outra vez retirado do material textil, não-tingido, lavado, no mesmo processo de lavagem.

25

Têm sido feitas muitas tentativas para suportar este problema. Assim, por exemplo, é possível mercê de um pós-tratamento com um agente de pós-tratamento catiônico, convencional, por exemplo, do tipo Tinofix EWA, para melhorar a resistência à água e também para se atingir um ligeiro melhoramento na resistência à lavagem. Este melhoramento, no entanto, não é permanente. No caso de operações de lavagem repetidas, em particular, em condições alcalinas e a temperaturas elevadas, por exemplo, acima de 50°C, o a-

30

35

1 gente de pós-tratamento, catiónico, convencional, liberta-  
-se outra vez do material textil e isto significa que o tingimento  
gimento perde de novo a sua resistência à água, que havia  
sido melhorada.

5 Esperou-se que o uso de corantes reactivos  
pudesse resolver o problema da resistência à humidade, vis-  
to que estes corantes formam um elo químico com a celulose.  
No entanto, verificou-se que esta ligação fibra/corante  
não é optimamente resistente à hidrólise ácida. Este facto  
10 por sua vez, resulta em que um tingimento hidrolisado deste  
tipo não é resistência numa operação de lavagem, por exem-  
plo, fervura. A proporção do corante que deixa de ficar li-  
gada quimicamente é dissolvida no banho, de lavagem e conse-  
15 quentemente fica apta, por exemplo, a sujar um artigo tex-  
til, não-tingido, lavado durante a mesma operação de lava-  
gem. Outro inconveniente é o comportamento insatisfatório  
da ligação fibra/corante a temperaturas elevadas em ar seco;  
condições tais como as que são encontradas durante a termo-  
20 fixação de, por exemplo, tecidos mixtos de algodão/poliés-  
ter. Esta ligação fibra/corante é em parte destruída de no-  
vo a temperaturas acima de 180°C, o que também pode levar à  
perda do corante durante um processo de lavagem. Além disso,  
o maior inconveniente do tingimento usando corantes reacti-  
vos é o de que o corante não-fixado não pode ser eliminado  
25 satisfatoriamente por meio de lavagem. São necessários vá-  
rios processos de lavagem e passagem por água, muito labo-  
riosos para se eliminar da fibra o corante não-fixado.

30 Foi agora desenvolvido um novo processo de  
pós-tratamento que melhora de modo significativo, em parti-  
cular, a resistência à humidade de tingimento celulósicos  
que tenham sido produzidos usando corantes sólidos. Foi pos-  
sível, por exemplo, melhorar a resistência à lavagem em con-  
dições alcalinas a temperaturas superiores a 50°C e parti-  
cularmente no caso da lavagem convencional corrente a 60°C  
35 usando detergentes contendo perborato de sódio (ISO 105/C06

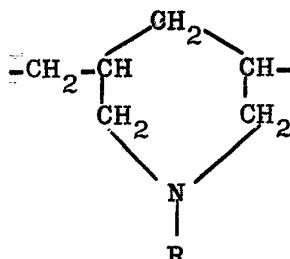
W. J.

1 C2S). Da mesma maneira é possível suprimir largamente a influência nefasta da hidrólise ácido e "termo-cracking" durante tingimentos reactivos por meio do processo de pós-tratamento do invento.

5 O presente invento diz respeito a um processo para o pós-tratamento de material de fibra, celulósico, tingido, que comprehende tratar-se o referido material com um licor aquoso contendo um composto de amónio poliquaternário obtido fazendo-se reagir uma epi-halidrina com um polímero linear contendo unidades respectivas tendo a fórmula

15

(1)



20

na qual R é alquilo-C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>

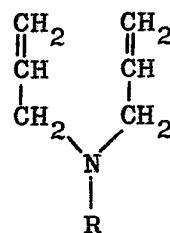
25

Grupos R alquilo apropriados são metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butil, isobutilo, butilo terciário, n-amilo, isoamilo, amilo terciário, hexilo ou 2-etylbutilo. São preferidos etilo e particularmente metilo.

Podem ser produzidos polímeros com unidades da fórmula (1) por polimerização do sal halogenidrato duma dialilamina da fórmula

30

(2)



35

16 JUN 1967  
11/14

1 na qual R tem o significado acima indicado, de preferência  
5 na presença de um catalisador de radical livre e neutraliza-  
ção subsequente do sal halogenidrato, por exemplo com solu-  
ção de hidróxido de sódio aquosa para dar a base livre poli-  
mérica.

Sais halogenidrato de dialilaminas, especí-  
ficos, que podem ser polimerizados em polímeros da fórmula  
(1) são:

10 cloridrato de N-metil dialilamina  
bromidrato de N-metil dialilamina,  
cloridrato de N-etil dialilamina,  
bromidrato de N-etil dialilamina,  
cloridrato de N-isopropil dialilamina,  
15 bromidrato de N-n-butil dialilamina,  
e cloridrato de N-butil terc. dialilamina,  
cloridrato de N-n-hexil dialilamina.

20 Os catalisadores que formam radicais livres,  
que podem ser usados, são peróxido dicarbonatos simétricos,  
peróxido dicarbamatos, perbenzoatos, persulfatos ou peróxido  
sulfatos. O catalisador preferido é persulfato de potássio  
ou azobisisobutironitrilo ou de preferência cloridrato de a-  
zobis(2-amidinopropano).

25 Estes catalisadores podem ser usados em quan-  
tidades de 0,05 a 5 % em peso, de preferência 0,5 a 2 % em  
peso, baseado em N-alquil dialilamina.

30 A epihalohidrina que é reagida com o polí-  
mero de N-alquil dialilamina pode ser qualquer epihalohidri-  
na, por exemplo, epibromohidrina, epifluorohidrina, epiodo-  
hidrina, beta-metil-epiclorohidrina ou de preferência epiclo-  
rohidrina.

35 A epihalohidrina é usada numa quantidade  
de 0,5 a 1,5 moles, de preferência 1 a 1,5 moles por mole da  
soma das aminas terciárias no polímero.

1                   As condições de reacção para a produção dos  
polímeros poli-quaternários devem ser escolhidos de molde a  
que não haja qualquer permuta de substituintes móveis, ou co  
5                   mo resultado de valores pH excessivamente altos do meio de  
reacção ou como resultado duma temperatura excessivamente al  
ta. Por consequência, é preferível trabalhar num meio aquoso  
diluído, a uma temperatura e valores de pH os mais suaves  
possíveis, convenientemente a uma temperatura de 30 a 85°C e  
10                a um pH de 6 a 8,5 de preferência 7 a 8, usando-se um ácido  
halogenídrico, de preferência, ácido clorídrico, para ser a-  
tingido o pH desejado e para formar i halogenidrato.

15                O pós-tratamento do invento do material fi-  
broso, celulósico, tingido é realizado, em geral, depois dum  
tingimento mas de preferência num banho fresco.

20                O material de fibra pode ser regenerado ou,  
em particular, celulose natural, por exemplo, rayon fiado,  
seda viscose, cânhamo, linho, junta ou de preferência algo-  
dão, bem como misturas com fibras sintéticas, por exemplo,  
25                as feitas de poliamida/algodão ou em particular de poliéster  
/algodão, em que a parte de poliéster pode ser pré-tingida  
com corantes dispersos.

30                O material textil pode ser usado em qual-  
quer forma, tal como, por exemplo, flocos, fios, novelos,  
meadas de fio, tecidos, malhas ou feltros, compostos total  
ou parcialmente de celulose natural ou regenerada.

35                O tingimento do material de fibra celulósi-  
co é efectuado em geral usando corante reactivo ou de prefe-  
rência corantes sólidos. Este tingimento pode ser realiza-  
do usando o processo de tingimento de descarga ou por meio  
de processos de duas fases, tais como, por exemplo, o pro-  
cesso de tingimento com almofada ou estampagem. Processo de  
tingimento com almofada, apropriados são, em particular, o  
chamado processo com vapor de almofada, processo "termofix"  
ou o processo de cozedura com almofada fria.

16 JUN 1987

M. J.

1 A quantidade de corante usado, depende da intensidade de cōr pretendida. Em geral, têm provado satisfatoriamente quantidades de 0,1 a 10 % em peso, em particular 0,5 a 5 % em peso, na base do material usado.

5 Corantes sólidos apropriados são os corantes directos, convencionais, por exemplo, os corantes directos indicados no Índice de Cores, 3<sup>a</sup> Edição (1971) Volume 2 nas Páginas 2005 - 2478.

10 Por corantes reactivos entendem-se os corantes convencionais que formem uma ligação química com celulose, por exemplo, os corantes reactivos indicados na lista do Índice de cores, Volume 3 (3<sup>a</sup> Edição, 1971) páginas 3391 - 3560 e no Volume 6 (3<sup>a</sup> Edição revista, 1975) páginas 6268 - 6345.

15 As vantagens do processo do invento são especialmente evidentes no pós-tratamento de tingimento produzidos com corantes sólidos. Particularmente apropriados são corantes azo e corantes de antraquinona e sobretudo corantes poliazo com 2 a 6 grupos do ácido sulfónico.

20 O pós-tratamento do invento é realizado de preferência pelo processo de tingimento de descarga.

25 A proporção da solução pode ser escolhido dentro duma vasta gama, por exemplo, de 1:4 a 1:100, de preferência de 1 : 5 a 1 : 40. Não é necessário nenhum aparelho especial. É possível, por exemplo, usar um aparelho de tingimento padrão, tal como, banhos ao ar, tinas com manivela; vaivens, pás, jactos ou máquinas de tingimento com circulação.

30 O processo pode ser realizado convenientemente a uma temperatura de 20 a 70°C, de preferência 30 a 50°C. O tempo de tratamento pode ser 20 a 60 minutos, embora seja suficiente em geral um período de tratamento de 30 a 40 minutos. Isto comprehende convenientemente um tratamen-

16 JUN. 1967  
*W.H.*

1 to de 15 a 20 minutos com o agente de pós-tratamento catiónico, depois a adição do alcalino e mais um tratamento de 15 a 20 minutos para fixar o agente de pós-tratamento.

5 Independentemente da proporção da solução, o agente de pós-tratamento é usado de preferência numa quantidade de 0,5 a 5 % em peso, de preferência 0,8 a 2 % em peso do teor de ingrediente activo, na base de peso do material celulósico, para ser atingido o grau de resistência pretendido.

10 Além do agente de pós-tratamento catiónico, os solutos usados de acordo com o invento contêm também alcalinos, tais como, por exemplo, hidróxido de sódio ou hidróxido de potássio. É usado, de preferência, uma solução de hidróxido de sódio aquosa a 30 %, numa quantidade de 2 a 10 ml /1, de preferência 4 a 6 ml/1 de solução. O alcalino pode ser adicionado à solução no princípio com o agente de pós-tratamento catiónico ou, de preferência, passado um tratamento de 15 a 20 minutos com o agente de pós-tratamento.

20 O pH das soluções de tratamento pode ser, em geral, 8 a 13,5 de preferência 10,5 a 13.

25 Os solutos também podem conter outros aditivos convencionais por exemplo, electrólitos, tais como cloreto de sódio ou sulfato de sódio, agentes de dispersão ou de humedecimento, bem como agentes anti-espuma e outros agentes de fixação catiónicos, que posteriormente também podem ser fibro-reactivos.

30 O pós-tratamento do material celulósico é realizado convenientemente de tal maneira que o material é tratado depois do tingimento, mas num banho fresco, com um soluto aquoso contendo o agente de pós-tratamento, alcalinos e, caso se queira, um electrólito, de preferência, sulfato de sódio. Os materiais celulósicos tingidos são colocados de preferência numa solução contendo o agente de pós-tratamento e sulfato de sódio e tendo uma temperatura de 30°C, sendo

16 JUN 1987

AL

1 o material atingido tratado a esta temperatura durante 15 a  
20 minutos, de preferência 15 minutos. É-lhe adicionado um  
alcalino e o material a seguir é tratado por mais 15 a 20  
minutos a 30°C.

5 A seguir ao pós-tratamento do invento, o  
material celulósico pode ser passado por água, se se dese-  
jar, neutralizado com ácido acético e depois seco de maneira  
convencional.

10 Usando-se o processo do invento, são obti-  
dos no material de fibras celulósicas, tingimentos e estam-  
pagens que foram realizados com corantes reactivos e princi-  
palmente com corantes sólidos e que apresentam um melhoramen-  
to considerável em resistência à humidade, por exemplo, re-  
sistência à lavagem e resistência à água.

15 Não há qualquer influência prejudicial na  
produção das cores, tons e resistência à luz dos tingimen-  
tos. Nem os tingimentos e estampagens pós-tratados apresen-  
tam qualquer enrijamento.

20 Nos Exemplos e Instruções de preparação se-  
guientes, as percentagens são em peso, desde que não haja in-  
dicação em contrário. No caso dos corantes, as quantidades  
referem-se a produtos comercialmente à disposição, isto é,  
acabados e, no caso de agentes auxiliares, a substâncias ac-  
tivas.

#### Exemplos de preparação

30 Exemplo 1: 101,4 g de ácido clorídrico a 30 % são adici-  
onados gota a gota durante 30 minutos a 20°C a 92,5 g de  
N-metil dialil amânia e a mistura é agitada até se formar uma  
solução homogénea. A temperatura a seguir é aumentada para  
60°C e a solução misturada com 13,5 g duma solução de persul-  
fato de potássio aquosa a 10 %, com o que a temperatura so-  
be ao longo de 45 minutos para 80°C. A pós-polimerização é

35

1 então efectuada durante 5 horas a 70°C e o produto é diluído  
em 696,75 g de água. A viscosidade, medida usando um viscosí-  
metro Brookfield LV é 850 mPa.s antes da diluição. Depois do  
arrefecimento para 40°C, o pH é ajustado para 7,8 pela adi-  
5 ção de 11 g duma solução de hidróxido de sódio aquosa a 30%.  
Nessa altura são adicionados gota a gota e durante 20 minu-  
tos a 50°C, 77 g de epiclorohidrina e a agitação continua du-  
rante mais 1 hora. Depois são adicionados 20 g de ácido clorí-  
drico a 37% e o banho é agitado a baixa temperatura.

10 São obtidos 1012 g duma solução límpida, com  
baixa viscosidade, cujo teor de ingrediente activo é 16,7%.

15 Exemplo 2; 98,64 g de ácido clorídrico a 37% são adiciona-  
dos gota a gota durante 30 minutos a um áximo de 20°C a 125 g  
de N-etil dialilamina e a mistura é agitada até ser obtida  
uma solução homogénea. A temperatura é aumentada para 60°C e  
a solução misturada com 9,35 g duma solução aquosa a 10% de  
dicloridrato de 2,2'-azobis(2-amidino propano), após o que  
a temperatura sobe ao longo de 60 minutos para 85°C. 21,8 g  
20 duma solução aquosa a 10% de dicloridrato de 2,2'-azobis-(2-  
-amidino propano) são então adicionados gota a gota durante  
30 minutos, com o que a temperatura sobe para 92°C. A agita-  
ção continua por mais 6 horas a 80°C., após o que a mistura  
é arrefecida para 45°C. A viscosidade, medida num viscosíme-  
tro Brookfield LV a 25°C é 910 mPa.s. A mistura é depois di-  
luída com 830 g de água e ajustada para um pH de 6,5 pela a-  
dição de 10 g duma solução de hidróxido de sódio aquosa a 30%.  
25 Nesta altura são adicionados, gota a gota, durante 40 mi-  
nutos a 45°C, 92,5 g de epiclorohidrina, sendo a temperatura  
mantida a 50°C e a agitação prossegue a 50°C durante 1 hora.  
É então adicionada uma solução de 28 g de ácido clorídrico a  
37% em 48 g de água e o banho é agitado a baixa temperatura.  
30 São obtidos 1263 g duma solução límpida, de baixa viscosida-  
de, cujo teor de ingrediente activo é 20%.

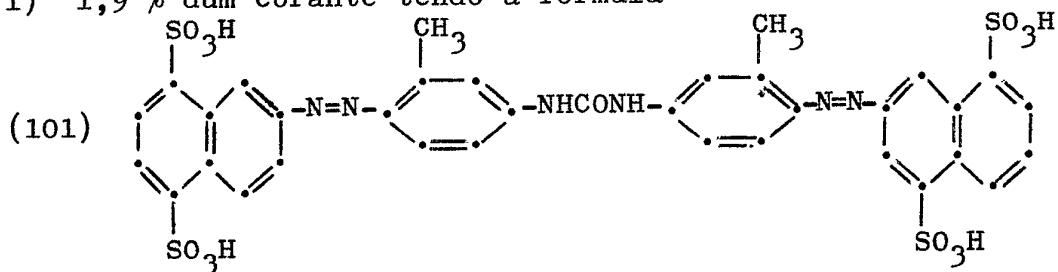
16 JUN. 1987  
W. G.

1 Exemplo 3: 88,8 g de ácido clorídrico a 37 % são adicionados, gota a gota, ao longo de 30 minutos a uma temperatura máxima de 20°C a 125 g de N-isopropil dialilamina e a mistura é agitada até ser obtida uma solução homogénea. A temperatura é então elevada para 60°C e a solução é mistura com 9,38 g duma solução aquosa a 10 % de dicloridrato de 2,2'-azobis-(2-amidino propano), com o que a temperatura sobe ao longo de 50 minutos para 71°C. Nessa altura são adicionados gota a gota durante 50 minutos 21,9 g duma solução aquosa a 10 % de dicloridrato de 2,2'-azobis(2-amidino-propano), com o que a temperatura sobe para 95°C. A agitação continuou durante 7 horas a 80°C e a mistura é então arrefecida para 45°C. A viscosidade, medida usando um viscosímetro Brookfield LV a 25°C, é 750 mPa.s. A mistura é então diluída com 793 g de água e ajustada para um pH de 6,8 pela adição de 8,5 g duma solução de hidróxido de sódio aquosa a 30 %. Depois são adicionados gota a gota ao longo de 30 minutos a 45°C 83,25 g de epiclorohidrina pelo que a temperatura é mantida a 50°C e a mistura é agitada durante 1 hora a 50°C. Depois é adicionada uma solução de 28 g de ácido clorídrico a 37 % em 48 g de água e o banho é agitado até ficar frio. São obtidos 12,05 g duma solução límpida, com baixa viscosidade, cujo teor de ingrediente activo é 20 %.

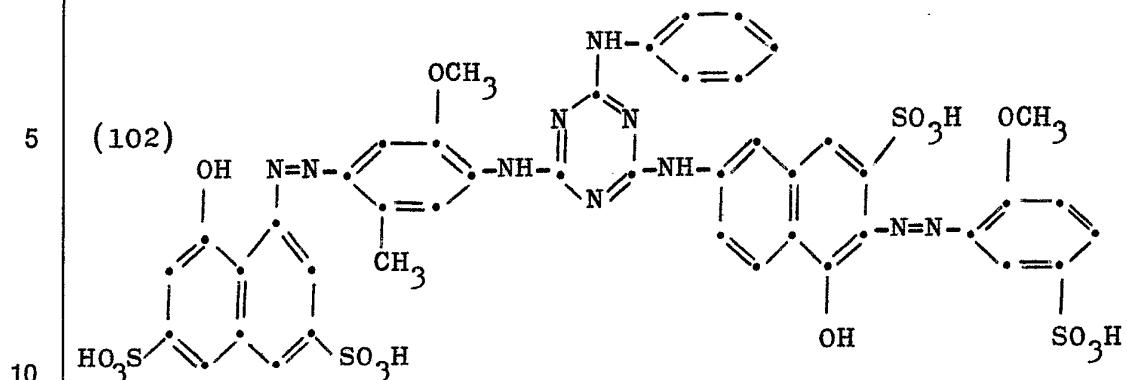
25 Exemplos de aplicação

30 Exemplo 1: 20 g de algodão trabalhado, branqueado e mercerizado são tingidos cada um separadamente usando um processo de tingimento convencional por esgotamento com

35 1) 1,9 % dum corante tendo a fórmula

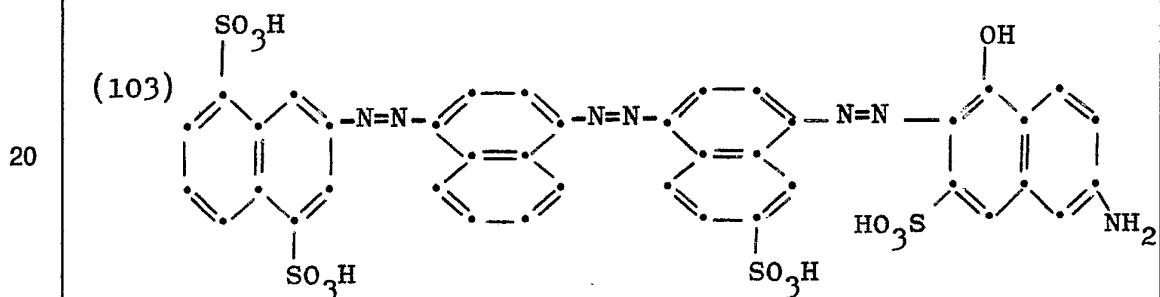


1 2) 1,5 % dum corante tendo a fórmula



ou

15 3) 1,2 % dum corante tendo a fórmula



25 e depois passados durante 5 minutos em água fria, para dar respectivamente um tingimento amarelo, vermelho e azul.

30 Estes três tingimentos (20 g cada um) são tratados durante 15 minutos a 30°C com uma proporção de uma solução de 1:20 dum soluto aquoso que contém 1,6 % do produto de reacção de acordo com o exemplo de preparação 1 e 5 g/l de sulfato de sódio calcinado. A seguir são adicionados 5 ml/l dum soluto aquoso de hidróxido de sódio a 30 %, após o que os tingimentos são outra vez tratados durante 15 minutos a 30°C.

*AL*

1                   Estes tingimentos pós-tratados são a seguir analisados a respeito das seguintes propriedades de resistência:

- 5                   - Lavagem Nº. 3 (SN I SO 105/CO<sub>3</sub>)  
- Lavagem ISO C2S (ISO 105/CO6 C2S)  
- Luz Xenon (SN ISO 105/B02)

10                  Também foram analisados simultaneamente tingimentos correspondentes, cada um, pós-tratado com Tinofix EWA a 3 %.

15                  Os valores de resistência estão indicados na Tabela 1.

20

25

30

35

Al

TABELA 1

Tingi- mentos	Pós-tratamento	Lavagem Nº. 3 aplicada			Lavagem ISO C2S aplicada em			Luz Xenon		
		Ae	CO	CV	Ae	CT	CO	PA	PES	PAC
(1)	Tinofix EWA	4	2	5	4-5	5	2	5	5	2
(1)	Exemplo 1	5	5	5	5	4-5	5	5	5	4-5
(2)	Tinofix EWA	4	2	5	4	5	2	4	5	5
(2)	Exemplo 1	4-5	5	5	5	5	4	5	5	2-3
(3)	Tinofix EWA	4	2	5	4	5	2	4-5	5	4
(3)	Exemplo 1	5	5	5	5	5	5	5	5	4

Ae = mudança de tom

CT = triacetato

CO = algodão

PA = poliamida

PES= poliéster

PAC = poliacrilonitrilo

CV = viscose

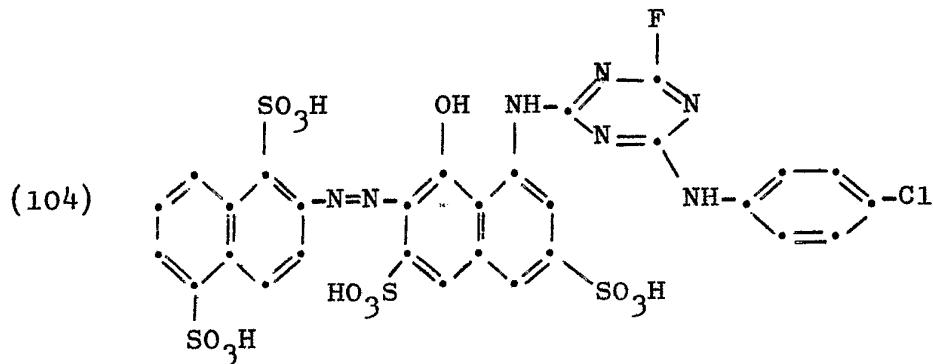
Al 9

1 Exemplo 2

(A) 20 g de cretone de algodão não-merceirizado são tingidos com uma almofada usando um processo a frio descontínuo com almofada de tinta com uma solução aquosa contendo

5

30 g/l dum corante tendo a fórmula



10 g/l de carbonato de sódio calcinado

5 ml/l de solução de hidróxido de sódio aquosa (30 %)

20 (absorve 80 %), armazenada durante 6 horas e liberta do corante não-fixado por frequentes passagens por água e lavagens.

(B) 20 g deste algodão tingido são tratados a 30°C durante 15 minutos com uma solução aquosa contendo 1,5 % do produto de reacção de acordo com o Exemplo de Preparação 1. A seguir são adicionados 1,5 ml/l da solução de hidróxido de sódio a 30 % e o material tratado por mais 15 minutos a 30°C.

30 É obtido um tingimento vermelho que apresenta excelente resistência à hidrólise ácida.

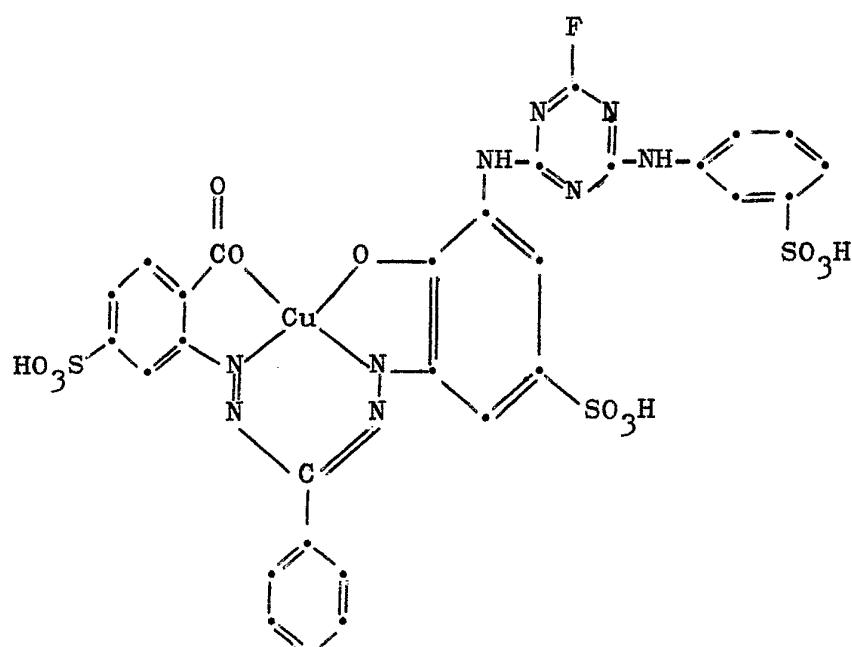
Também é obtido um tingimento que é resistente à hidrólise ácida usando 30 g/l dum corante tendo a fórmula

35

16 JUN 1987

Al

(105)



em vez do corante da fórmula (104) em (A) e tratando-se o tingimento resultante de acordo com (B). Os resultados dos testes a respeito da hidrólise ácida estão indicados na Tabela 2.

Tabela 2

Corante	Pós-tratamento	Mudança de tom	Extracção em algodão	1a
(104)	sem tratamento	4	4	2
(104)	Exemplo 3	5	5	5
(105)	sem tratamento	4-5	4-5	3
(105)	Exemplo 3	5	5	5

Exemplo 3: São repetidos os tingimentos de acordo com o Exemplo 2 (A) com pós-tratamento (B) subsequente, com a exceção de que os artigos impregnados são expostos depois do tingimento com almofada a calor seco num aparelho de fixação com ar quente durante 2 minutos a 210°C. A seguir ao pós-tratamento, é realizado o teste a respeito da resistência à água (condições rigorosas) (SN ISO 105/E01) com uma fita de fibras multíplas com tecido adjacente. Os resultados destes

16. JUN. 1987  
W.H.

1 testes estão indicados na Tabela 3.

Tabela 3

5 Corante	5 Bós-tratamento	5 Mudança de tom	5 Extracção em CT	5 CO	5 PA	5 PE	5 PAC	5 WO
(104)	sem tratamento	4	3-4	4	3	3-4	3-4	3
(104)	Exemplo 3	5	5	5	5	5	5	5
(105)	sem tratamento	4	4	2	3-4	4	4	3
(105)	Exemplo 3	5	5	5	5	5	5	5

15 Exemplo 4: É realizado o processo conforme está descrito no Exemplo 1 mas é usado 2,4% do produto de reacção de acordo com o Exemplo de Preparação 2 para o pós tratamento em vez do produto de reacção de acordo com o Exemplo de Preparação 1.

20 Estes tingimentos pós-tratados são analisados a respeito da lavagem ISO C2S. Os resultados estão indicados na Tabela 4.

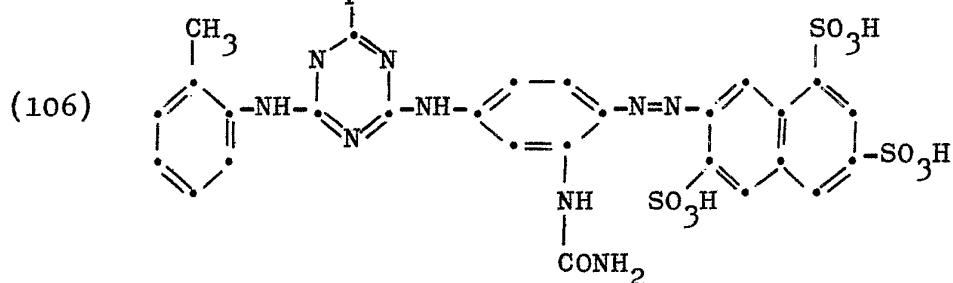
Tabela 4

25 Tingimento	25 Mudança de tom	25 Extracção em algodão	25 viscosidade
(1)	5	4-5	5
(2)	5	4-5	4-5
(3)	5	4-5	5

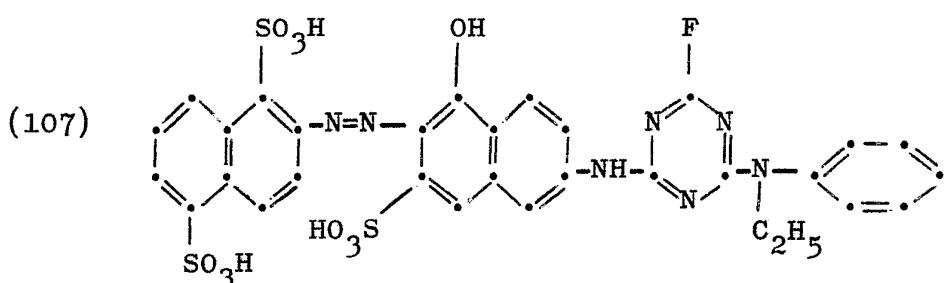
Exemplo 5

35 (A) Um novelo de 500 g de fio de algodão branqueado é tingido com uma solução aquosa que contém, a uma proporção de so

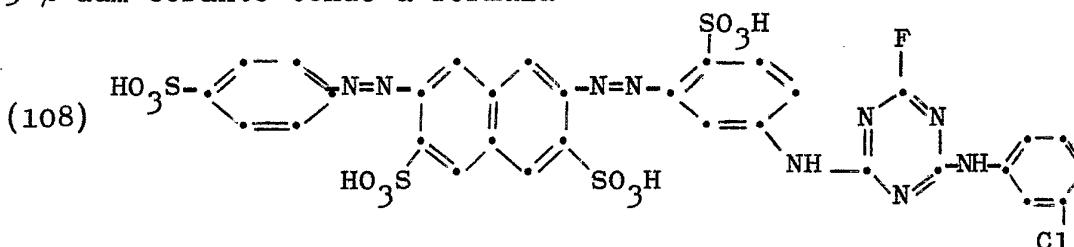
1 solução de 1:20, 1,5 % dum corante tendo a fórmula



10 1,5 % dum corante tendo a fórmula



20 5 % dum corante tendo a fórmula



30 e 80 g/l de sulfato de sódio, após o que o tingimento é rea-  
lizado durante 60 minutos a 50°C. A seguir são adicionados  
5 g/l de carbonato de sódio anidro e 1 ml/l de solução de hi-  
dróxido de sódio a 30 % ao banho de tingimento, após o que  
os artigos são tratados por mais 60 minutos a 50°C. O tingi-  
mento assim obtido é depois passado durante 10 minutos em  
água fria

durante 10 minutos em água a 80°C.

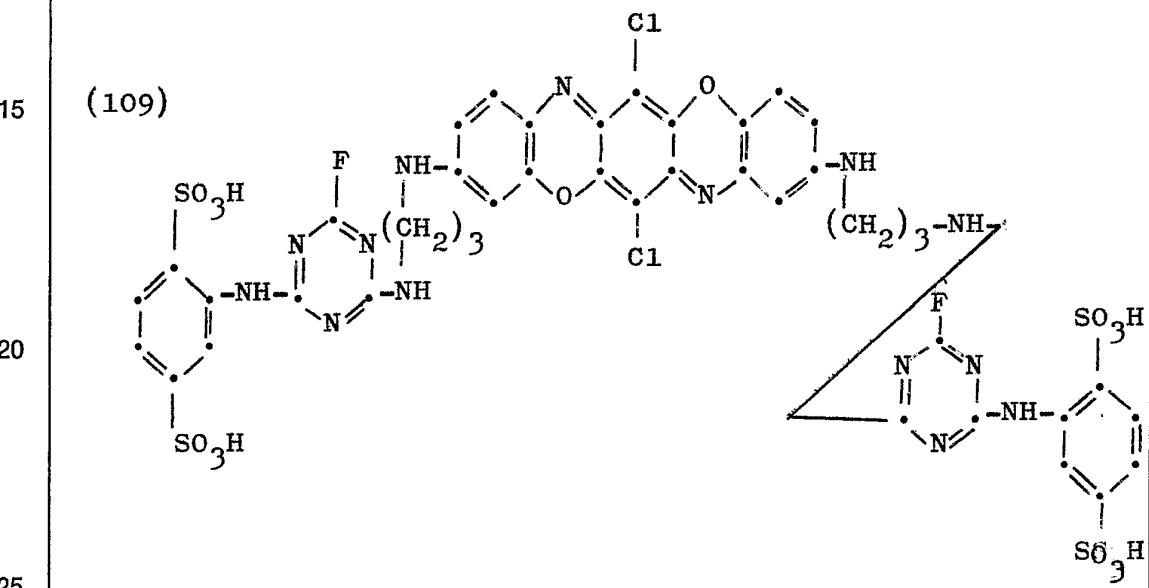
ensaboados na ebulação durante 10 minutos e passado durante  
10 minutos em água a 40°C.

35 (B) O tingimento preto obtido no algodão de acordo

16. JUN. 1987  
WJ

1 com (A) é tratado a 20°C com uma composição aquosa que con-  
5 tém 1,2 % do produto da reacção de acordo com o Exemplo de  
Preparação 1, e 5g/l de sulfato de sódio a uma proporção de  
10 1 : 20. A temperatura é aumentada para 50°C durante 30 mi-  
15 nutos. São adicionados 4 ml/l duma solução de hidróxido de  
sódio a 30 % e o material é tratado por mais 30 minutos a  
20 50°C. Os artigos são depois passados duas vezes durante 10  
25 minutos em água fria e subsequentemente secos. É obtido um  
tingimento de cor preta resistente à lavagem.

30 (C) 5 % dum corante da fórmula (104) e 0,5 % dum coran-  
te da fórmula



40 são usados em (A) em vez da mistura de corantes acima e o  
45 tingimento resultante de cor violeta é tratado de acordo  
com (B). É igualmente obtido um tingimento resistente à la-  
50 vagem.

55 Os resultados dos testes da lavagem em ebullição (Lavagem N.º. 4, SNV 195814/1962) estão indicados na  
Tabela 5 e comparados com tingimentos correspondentes que  
foram pós-tratados com Tinofix EWA.

35

WJ

1 Tabela 5

5 Pós-tratamento	10 Mudança de tom	15 Extracção em algodão viscose
Exemplo 5	5	4-5
Tinofix EKA	3-4	2-3
Exemplo 5 (C)	5	4-5
Tinofix	4-5	3
		4

15 Exemplo 6

(A) Um novelo de 500 g de fio de algodão branqueado é tingido numa solução aquosa contendo 2 % dum corante de fórmula (102) a uma proporção da solução de 1:20. O processo começa a  $40^{\circ}\text{C}$  e a temperatura é aumentada ao longo de 30 minutos para  $98^{\circ}\text{C}$ . Com intervalos de 5 minutos em cada caso, são adicionadas 3 porções de 6,5 g/l, cada uma, de sulfato de sódio, e o tingimento continua por mais 45 minutos a  $98^{\circ}\text{C}$ . O tingimento é depois lavado primeiramente durante 10 minutos com água a  $40^{\circ}\text{C}$  e 10 minutos em água fria, e subsequentemente tratado com 1,2 % do produto de reacção de acordo com o Exemplo de Preparação 1, conforme descrito no Exemplo 5 (B). Este tingimento pós-tratado é então analisado a respeito da lavagem ISO C2S. Também é analisado um tingimento correspondente pós-tratado com 3 % de Tinofix EWA.

30 Os resultados dos testes estão indicados na Tabela 6.

58.158  
Case 1-15958

16 JUN. 1987  
*W. J. H.*

1 Tabela 6

5 Pós-tratamento	10 Mudança de tom	15 Extracção em 20 algodão viscose	25
10 <b>Tinofix EWA</b>	15 3-4	20 2-3	25 2-3
15 <b>Exemplo 6</b>	20 4-5	25 4-5	30 4-5

1

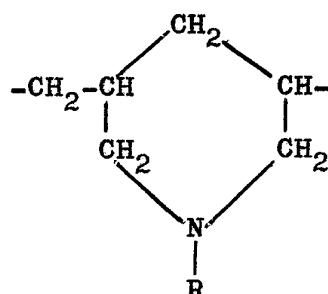
## - R E I V I N D I C A Ç Õ E S -

5

1<sup>a</sup> - Processo para o pós-tratamento de material de fibra, celulósico, tingido, caracterizado por se tratar o referido material com um licor aquoso que contém um composto de amónio poliquaternário obtido fazendo-se reagir uma epi-halidrina com um polímero linear contendo unidades de repetição da fórmula

10

(1)



em que R é alquilo-C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>.

20

2<sup>a</sup> - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o composto de amónio poliquaternário ser obtido fazendo-se reagir epicloridrina com um polímero linear contendo unidades de repetição da fórmula (1).

25

3<sup>a</sup> - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 ou 2, caracterizado por R na fórmula (1) ser etilo ou metilo.

4<sup>a</sup> - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado por o pós-tratamento ser realizado pelo método de tingimento de descarga.

30

5<sup>a</sup> - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado por o pós-tratamento ser realizado a uma temperatura entre 20 a 70° C.

6<sup>a</sup> - Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado por a gama de temperaturas variar entre 30 a 50° C.

35

7<sup>a</sup> - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado por o pós-tratamento

1 se realizar num meio alcalino.

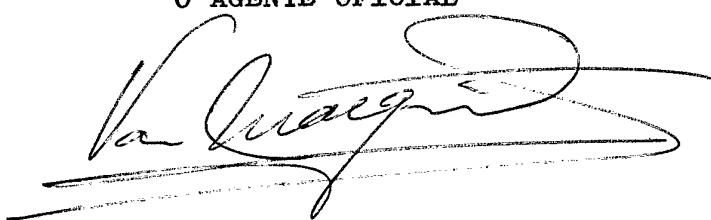
8º - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado por o licor aquoso conter adicionalmente 2 a 10 ml/l de uma solução de hidróxido de sódio aquosa a 30%.

9º - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado por se utilizar o material de fibra celulósico tingido com corantes reactivos ou corantes sólidos.

10 Lisboa, 16 JUN. '97

15 Por CIBA-GEIGY AG.

20 O AGENTE OFICIAL

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Van Quaeghebeur', is enclosed in a large, roughly drawn oval. Below the signature, there is a horizontal line with a short vertical line extending from its left end.

25

30

35