

República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(11) PI 0112229-0 B1



(51) Int.Cl.:  
D06P 5/06

(22) Data de Depósito: 26/06/2001  
(45) Data da Concessão: 22/02/2012  
(RPI 2146)

(54) Título: **PROCESSO PARA REDUÇÃO DE PERDA DE CORANTE OU TRANSFERÊNCIA DE CORANTE DE MATERIAIS DE FIBRA TÊXTIL NO SETOR DOMÉSTICO COM UM AGENTE DE FIXAÇÃO DE CORANTE, FORMULAÇÕES DE LAVAGEM E DE AMACIANTE E AGENTE DE FIXAÇÃO DE CORANTE.**

(30) Prioridade Unionista: 04/07/2000 EP 00 810581.9, 03/11/2000 CH 2156/00, 03/11/2000 CH 2156/00, 04/07/2000 EP 00 810581.9

(73) Titular(es): Ciba Specialty Chemicals Holding Inc.

(72) Inventor(es): Hauke Rohwer, Mario Dubini, Petr Kvita, Rolf Kuratli

**Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "PROCESSO  
PARA REDUÇÃO DE PERDA DE CORANTE OU TRANSFERÊNCIA DE  
CORANTE DE MATERIAIS DE FIBRA TÊXTIL NO SETOR DOMÉSTICO  
COM UM AGENTE DE FIXAÇÃO DE CORANTE, FORMULAÇÕES DE  
LAVAGEM E DE AMACIANTE E AGENTE DE FIXAÇÃO DE CORANTE".**

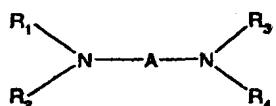
A presente invenção se refere a um processo para redução de perda de corante ou transferência de corante de materiais de fibra têxtil ou couro no setor doméstico e também para formulações e agentes de fixação de corante usados naquele processo.

Nos processos de lavagem doméstica convencionais, a perda de corante quando tecidos coloridos são lavados é um problema conhecido. Um problema adicional naquele contexto é a transferência de corante quando tecidos coloridos são lavados em conjunto com tecidos brancos ou coloridos, especialmente tecidos brancos ou de cor clara. Problemas semelhantes existem para materiais de couro colorido.

O objetivo da presente invenção é prover um processo aperfeiçoado, apropriado para o setor doméstico, pelo qual a perda de corante e transferência de corante pode ser adicionalmente reduzido.

EP-A-692.511 descreve um processo de acordo com o qual os materiais de fibra são tingidos em uma escala industrial e então tratados com o produto de policondensação básica mencionado abaixo, o produto de policem quensaçao, contudo, não foi neutralizado com um ácido. Foi verificado agora, surpreendentemente, que o objetivo declarado pode ser amplamente obtido usando produtos de policondensação básicos, específicos, que são completa ou parcialmente neutralizados com um ácido orgânico ou inorgânico.

A presente invenção, consequentemente, refere-se a um processo para redução de perda de corante ou transferência de corante de materiais de fibras tecidos ou couro no setor doméstico, que compreende o tratamento dos materiais de fibra têxtil ou couro com um agente de fixação de corante com base nos produtos de policondensação básicos de uma amina da fórmula:



(1)

e uma cianamida, os produtos de policondensação sendo completa ou parcialmente neutralizados com um ácido orgânico ou inorgânico,

R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> e R<sub>4</sub> são independentemente hidrogênio ou alquila que é substituída ou não por amino, hidróxi, ciano ou por C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> alcóxi e

5 A é alquíleno opcionalmente substituído ou interrompido por um ou mais heteroátomos.

A na fórmula (1) é preferivelmente C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub> alquíleno opcionalmente interrompido por -O-, -S-, -NH- ou por -N(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> alquila)- e/ou substituído por hidróxi, especialmente C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub> alquíleno interrompido uma ou mais 10 vezes por -NH-.

R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> e R<sub>4</sub> são preferível e independentemente hidrogênio ou C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> alquila.

Exemplos de compostos apropriados da fórmula (1) são 1,4-butanoliamina, 1,6-hexanoliamina, dipropilenotriamina, N-(2-aminoetil)-1,3-propanodiamina, N,N-bis(2-aminopropil)metylamina, polietileniminas e polietilenopoliaminas, tais como, dietilenotriamina, trietilenotetramina, tetraetilenopentamina e pentametilenohexamina. Compostos preferidos da fórmula (1) são polietilenopoliaminas e, entre estes, especialmente dietilenotriamina.

O número de unidades de repetição de monômeros da fórmula (1) nos produtos de policondensação básicos é, por exemplo, de 4 a 100, especialmente de 4 a 50.

Cianamidas apropriadas são, por exemplo, cianamida, diciandiamida, guanidina e biguanidina. É dada preferência à diciandiamida.

Os agentes de fixação de corante mencionados acima são conhecidos, por exemplo, da EP-A-692.511 e podem ser obtidos pelo processo descrito aqui.

Por exemplo, uma amina da fórmula (1) é reagida com um sal de amônio em presença de um solvente não-aquoso e o produto protonado obtido é reagido com cianamida em temperatura elevada.

30 Sais de amônio apropriados são, por exemplo, sais de amônio de ácidos orgânicos ou inorgânicos, por exemplo, cloreto de amônio, sulfato de amônio, carbonato de amônio, formiato de amônio e acetato de amônio,

especialmente cloreto de amônio.

Solventes não-aquosos apropriados são, por exemplo, solventes contendo grupo hidroxila, por exemplo, etileno glicol, 1,2- ou 1,3-propileno glicol, butileno glicol, di, tri ou tetraetileno glicol e éteres dos mesmos e polietileno glicóis possuindo um peso molecular, por exemplo, de 600 a 5.000 e misturas dos mesmos.

Amina da fórmula (1) e o sal de amônio são usados em uma razão molar, por exemplo, de 1:0,1 a 1:2,5, preferivelmente de 1:0,7 a 1:2. A quantidade de solvente contendo grupo hidroxila pode variar dentro de limites amplos e é, por exemplo, de 0,2 a 20 moles e preferivelmente de 0,4 a 5 moles, por mol do composto da fórmula (1).

A reação da amina da fórmula (1) com o sal de amônio é realizada especialmente em temperatura elevada, por exemplo de 80 a 200°C, especialmente de 100 a 160°C. Por exemplo, a amina da fórmula (1) é introduzida no solvente contendo grupo hidroxila ou mistura de solvente e o composto de amônio é medido; a etapa de reação é vantajosamente realizada sob condições inertes, por exemplo, sob uma atmosfera de nitrogênio.

O produto protonado obtido é então reagido, por exemplo, com cerca de 0,5 a 2 moles e, preferivelmente de 0,8 a 1,5 mol de cianamida por mol de composto de partida da fórmula (1). Aquela reação é realizada, por exemplo, em presença de um ou mais dos solventes contendo grupo hidroxila mencionados acima em temperatura elevada, por exemplo, de 80 a 250°C e especialmente de 140 a 220°C. Em temperatura ambiente, os produtos de reação são geralmente fundidos sólidos possuindo propriedades básicas, que rendem soluções claras em água.

A neutralização com um ácido inorgânico ou orgânico é realizada, por exemplo, em um meio aquoso, a adição de ácido sendo realizada tal que o pH é ajustado para, por exemplo, de 2 a 12, preferivelmente de 3 a 10 e especialmente de 4 a 8. É dada preferência especial a uma quantidade de ácido por meio do qual o pH é ajustado para cerca de 7.

Ácidos inorgânicos ou orgânicos apropriados são, por exemplo, mono ou poliácidos carboxílicos, ácido clorídrico, ácido fosfórico, ácido sul-

fúrico ou uma mistura de pelo menos dois de tais ácidos. É dada preferência aos ácidos orgânicos. Exemplos de ácidos orgânicos que podem ser mencionados são ácido oxálico, ácido tartárico, ácido acético, ácido propiônico, ácido succínico, ácido malélico, ácido cítrico, ácido fórmico, ácido glucônico, 5 ácido p-toluenossulfônico, ácido tereftálico, ácido benzólico, ácido ftálico, ácido acrílico e ácido poliacrílico. São de especial interesse os ácidos carboxílicos alifáticos, especialmente aqueles possuindo um total de 1 a 12 átomos de carbono. Ácidos preferidos são ácidos alifáticos C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub> mono ou policarboxílicos, os ácidos monocarboxílicos sendo especialmente aqueles 10 possuindo um total de pelo menos 3 átomos de carbono. Substituintes apropriados dos ácidos carboxílicos são, por exemplo, hidróxi e amino, especialmente hidróxi. Também são de interesse misturas dos ácidos; por exemplo, a mistura de ácido malélico e ácido propiônico pode ser mencionada.

É dada preferência especial aos ácidos alifáticos C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub> policarboxílicos, especialmente ácidos alifáticos C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> policarboxílicos. Muita preferência especial é dada aos ácidos alifáticos C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> policarboxílicos substituídos por hidróxi.

Os agentes de fixação de corante são geralmente usados na forma aquosa líquida. Para neutralização dos produtos de policondensação 20 básicos, portanto, é possível processar, por exemplo, por primeiro preparar uma composição aquosa líquida, relativamente concentrada. Para aquela finalidade, o produto de policondensação básico, o ácido, água e opcionalmente um solvente orgânico miscível em água pode ser misturado em conjunto. É dada preferência ao uso de cerca de 0,1 a 70% em peso, especialmente 25 de 0,5 a 70% em peso e preferivelmente de 1 a 60% em peso de agente de fixação de corante, com base no peso total da solução. É dada preferência especial ao uso de 5 a 50% em peso, especialmente de 15 a 50% em peso de agente de fixação de corante. A quantidade de ácido é assim selecionada, de modo que o pH da solução seja ajustado para, por 30 exemplo, de 2 a 12, preferivelmente de 3 a 10 e especialmente de 4 a 8. É dada preferência especial a uma quantidade de ácido por meio da qual o pH é ajustado para cerca de 7. Solventes orgânicos miscíveis em água apropri-

ados são, por exemplo, solventes contendo grupo hidróxi apropriado, tais como, metanol ou etanol e também éter. É dada preferência à preparação da solução sem solventes orgânicos.

Além disto, tais soluções concentradas podem também compreender adicionalmente aditivos habituais, tais como, óleos de perfume, agentes de normalização de espuma, espessantes, agentes microbiocidas, agentes de complexação, absorvedores de UV e especialmente agentes alvejantes.

As soluções de produtos de policondensação básicos completa ou parcialmente neutralizados são preferivelmente soluções estáveis em armazenamento e límpidas.

As soluções concentradas podem ser usadas diretamente ou tratadas adicionalmente antes da aplicação.

Exemplos de tratamento adicional são diluição adicional, especialmente com água e incorporação em uma composição de lavagem ou composição amaciante de tecido. Além disto, podem também ser mencionados secagem por atomização, granulação, microencapsulamento, aplicação aos materiais de veículo sólidos (por exemplo, às partículas de sólidos, tais como, zeólito ou sílica-gel, ou aplicação aos tecidos que são adicionados durante o procedimento de lavagem ou pré ou pós-lavagem).

É dada preferência à aplicação de um banho aquoso. Tal aplicação é preferivelmente realizada como parte do procedimento de lavagem para os materiais, especialmente os materiais de fibra têxtil. O tratamento pode ser realizado antes do procedimento de lavagem, durante ou especialmente, após o procedimento de lavagem.

Por exemplo, antes do procedimento os materiais de fibra têxtil podem ser pré-tratados no banho aquoso com o agente de fixação de corante. Tal pré-tratamento pode ser realizado, por exemplo, em um banho separado ou alternativamente na máquina de lavar. Temperaturas vantajosas para aquele tratamento estão, por exemplo, na faixa de 5 a 80°C, preferivelmente de 10 a 60°C e especialmente de 10 a 40°C. A concentração de agente de fixação no banho está, por exemplo, na faixa de 0,01 a 20 g/litro,

preferivelmente de 0,05 a 10 g/litro e especificamente de 0,1 a 5 g/litro.

Além disto, durante o procedimento de lavagem, os materiais de fibra têxtil pode ser tratados em um banho aquoso com o agente de fixação de corante e uma composição de lavagem, ou uma composição de lavagem 5 compreendendo o agente de fixação de corante; aquele tratamento é geralmente realizado na máquina de lavagem. Temperaturas vantajosas para aquele tratamento estão, por exemplo, na faixa de 5 a 100°C, preferivelmente de 10 a 80°C e especialmente de 20 a 60°C. A concentração de agente de fixação no banho está, por exemplo, na faixa de 0,01 a 20 g/litro, 10 preferivelmente de 0,05 a 10 g/litro e especialmente de 0,1 a 5 g/litro.

Adicionalmente, após o procedimento de lavagem, o material de fibra têxtil pode ser tratado em um banho aquoso com o agente de fixação de corante e uma composição amaciante de tecido, ou uma composição amaciante de tecido compreendendo o agente de fixação de corante. Alternativamente, aquele tratamento pode também ser realizado sem uma composição amaciante de tecido presente. Temperaturas vantajosas para aqueles tratamentos estão, por exemplo, na faixa de 5 a 80°C, preferivelmente de 10 a 60°C e especialmente de 10 a 40°C. A concentração de agente de fixação no banho está na faixa, por exemplo, de 0,01 a 20 g/litro, 20 preferivelmente de 0,05 a 10 g/litro e especialmente de 0,1 a 5 g/litro.

Composições para lavagem apropriadas e composições amaciadoras de tecido são composições de lavagem comercialmente disponíveis e composições amaciadoras de tecido na forma sólida ou líquida.

Pode ser feita menção aos seguintes componentes convencionais 25 de composições para lavagem: builders (por exemplo, silicatos zeólicos/camada), polímeros (co-builders), agentes alvejantes e sistemas alvejantes (por exemplo, perborato/percarbonato mais TAED), agentes alvejantes fluorescentes, inibidores de tom de cinza, enzimas, fragrâncias e/ou corantes, tensoativos do tipo benzenossulfonato de alquila (LAS), sulfatos de ácido graxo, sabões e etoxilatos de álcool graxo. Adicionalmente, policarbonilatos (ácidos poliacrílicos) podem ser usados para aperfeiçoar o resultado 30 de lavagem e a capacidade de complexação de cálcio e inibidores de es-

puma (compostos de silicone/parafina) podem ser usados para reduzir a espuma.

Pode ser feita menção dos seguintes componentes convencionais de composições amaciantes básicas: álcoois, por exemplo, etanol, n-propanol, isopropanol, álcoois políidricos, por exemplo, glicerol e propileno glicol; tensoativos anfotéricos e não-iônicos, por exemplo, derivados de carboxila de imidazol, álcoois graxos etoxilados, óleo de rícino hidrogenado e etoxilado, alquil poliglicosídeos, por exemplo, decil poliglicose e dodecil poliglicose, álcoois graxos, ésteres de ácido graxo, ácidos graxos, glicerídeos de ácido graxo etoxilado ou glicerídeos parciais de ácido graxo; também, quantidades relativamente pequenas de corantes, perfumes, substâncias tamponadas, sais inorgânicos ou orgânicos, por exemplo, potássio solúvel em água, sais de sódio ou magnésio, solventes não-aquosos, tampões de pH, perfumes, corantes, agentes hidrotrópicos, antiespumantes, inibidores de corrosão, agentes anti-redeposição, reguladores de viscosidade, especialmente espessantes poliméricos ou outros, estabilizadores, enzimas, agentes de branqueamento fluorescentes, agentes antiencolhimento, agentes antimanchamento, agentes antimicrobianos, germicidas, fungicidas, antioxidantes, inibidores de corrosão e agentes de antidobra.

Se o agente de fixação for um constituinte da composição de lavagem ou composição amaciante de tecido, o teor do agente de fixação está na faixa, por exemplo, de 0,01 a 10% em peso, preferivelmente 0,05 a 6% em peso e especialmente de 0,05 a 4% em peso, com base no peso total da composição de lavagem ou composição amaciante de tecido, sendo dada preferência neste caso às composições para lavagem líquidas e amaciantes de tecido.

O agente de fixação pode também ser aplicado diretamente, por exemplo, por aplicação de uma solução aquosa, por exemplo, por meio de uma esponja ou pano ou por aspersão. A composição pode também ser aplicada na forma de uma pasta ou de um pó. Tal procedimento é especialmente apropriado quando se trata de materiais de couro ou superfícies compostas de materiais de fibra têxtil.

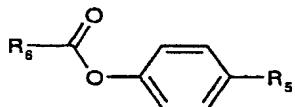
De acordo com uma concretização preferida, o agente de fixação é usado em conjunto com um agente alvejante.

Agentes alvejantes apropriados são ambos agentes alvejantes líquidos e sólidos. Componentes de peróxido apropriados incluem, por exemplo, os peróxidos orgânicos e inorgânicos conhecidos na literatura e disponíveis comercialmente que alvejam materiais tecidos em temperaturas de lavagem convencionais, por exemplo de 10 a 95°C.

Os peróxidos orgânicos são, por exemplo, mono ou poliperóxidos, especialmente perácidos orgânicos ou sais dos mesmos, tais como, ácido ftalimidoperoxicapróico, ácido peroxibenzóico, ácido diperoxidodecanodióico, ácido diperoxinanonanodióico, ácido diperoxidecanodióico, ácido diperoxiftálico ou sais dos mesmos.

É dada preferência, contudo, ao uso de peróxidos inorgânicos, por exemplo, persulfatos, perboratos, percarbonatos e/ou persilicatos. Misturas de peróxidos inorgânicos e/ou orgânicos podem ser também usadas. Os peróxidos podem estar em uma variedade de formas cristalinas e podem ter diferentes conteúdos de água e eles podem também ser usados em conjunto com outros compostos inorgânicos ou orgânicos para aperfeiçoar sua estabilidade de armazenamento.

Ingredientes ativos que ativam o alvejante adicionais são sais de metal de transição conhecidos e complexos e ativadores de alvejamento convencional; quer dizer, compostos que, sob condições de perhidrólise, rendem ácidos perbenzo e/ou peroxicarboxílicos substituídos ou não-substituídos possuindo 1 a 10 átomos de carbono, especialmente de 2 a 4 átomos de carbono. Compostos apropriados incluem os ativadores alvejantes habituais mencionados acima, que transportam grupos O e/ou N-acila possuindo o número de átomos de carbono e/ou grupos benzoíla substituídos ou não substituídos. É dada preferência às alquilenodiaminas poliaciladas, especialmente tetraacetiletlenodiamina (TAED), glicolurilas aciladas, especialmente tetraacetylglicoluril (TAGU), N,N-diacetil-N,N-dimetil-uréia (DDU), derivados de triazina acilada, especialmente 1,5-diacetil-2,4-dioxohexahidro-1,3,5-triazina (DADHT), compostos da fórmula (2)



(2),

em que R<sub>5</sub> é um grupo sulfonato, um grupo ácido carboxílico ou um grupo carboxilato e em que R<sub>6</sub> é (C<sub>7</sub>-C<sub>15</sub>)alquila linear ou ramificada; também ativadores que são conhecidos sob os nomes SNOBS, SLOBS e DOBA, álcoois polihídricos acilados, especialmente triacetina, diacetato de etileno glicol e 2,5-diacetóxi-2,5-dihidrofurano e sorbitol acetilado e manitol e derivados de açúcar acilado, especialmente pentaacetilglicose (PAG), poliacetato de sacarose (SUPA), pentaacetilfrutose, tetraacetilxilose e octaacetilactose e glucamina e gluconolactona acetilada, opcionalmente N-alquilada. As combinações de ativadores de alvejante convencionais relevantes no Pedido de Patente Alemão DE-A-44 43 177 podem também ser usadas. Compostos de nitrila que formam ácidos perimínicos com peróxidos são também apropriados como ativadores de alvejantes. Hipoclorito de sódio, água de Javelle e peróxido de hidrogênio podem também ser mencionados.

Os agentes alvejantes são preferivelmente usados como um constituinte adicional de formulações aquosas líquidas do agente de fixação de corante que são mencionadas aqui doravante. As definições e significados preferidos mencionados aqui anteriormente aplicam-se àquelas formulações aquosas líquidas; as definições e significados preferidos mencionados aqui anteriormente aplicam-se aos agentes de fixação de corante. Também de especial interesse naquele contexto são os agentes de fixação de corante que foram completa ou parcialmente neutralizados com ácido acético. A concentração de agentes alvejantes aqui pode variar dentro de amplos limites e é preferivelmente de 0,1 a 25% em peso, especialmente de 0,5 a 20% em peso e mais especialmente de 0,5 a 10% em peso, com base no peso total da formulação. Como um limite inferior, é dada preferência a uma quantidade de 1% em peso, especialmente de 2% em peso. Além disto, naturalmente é possível que o agente alvejante e o agente de fixação de corante sejam aplicados separadamente. Os processos de aplicação apropri-

dos incluem aqueles mencionados anteriormente. A aplicação pode ser realizada, por exemplo, antes do procedimento de lavagem, durante ou após o procedimento de lavagem, preferivelmente durante o procedimento de lavagem. Um agente de fixação de corante compreendendo um agente alvejante preferivelmente não é um constituinte de uma composição de lavagem ou amaciante de tecido.

Materiais de fibra têxtil apropriados são, por exemplo, materiais de fibra contendo grupo hidróxi e grupo amino. Exemplos que podem ser mencionados incluem poliamida, lã e, especialmente, celulose natural ou 10 regenerada.

A presente invenção refere-se também às formulações de lavagem e formulações amaciadoras de tecido para redução de perda de corante ou transferência de corante de materiais de fibra têxtil ou couro no setor doméstico, que compreende o agente de fixação de corante mencionado 15 aqui anteriormente. As definições e os significados preferidos mencionados aqui anteriormente aplicam-se a estas.

A presente invenção adicionalmente refere-se aos agentes de fixação de corante com base nos produtos de policondensação básicos de uma amina da fórmula (1) e uma cianamida, os produtos de policondensação são completa ou parcialmente neutralizados com um ácido alifático C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub> mono ou policarboxílico que não o ácido acético. As definições e significados preferidos mencionados aqui anteriormente aplicam-se aos mesmos.

Os materiais tratados de acordo com o processo da invenção 25 exibem transferência significativamente reduzida de corante para outros materiais, por exemplo, materiais não-tingidos ou materiais tingidos com tons claros, aquele efeito sendo quase inteiramente mantido mesmo após várias lavagens, sem tratamento renovado. Como resultado, o tom de cor dos materiais tingidos, além disto, permanece amplamente inalterado, mesmo 30 após várias lavagens. Caso desejado, os agentes de fixação de cor podem também ser formulados sem a adição habitual de tensoativos, por exemplo, na forma de soluções aquosas, este sendo especialmente o caso

para tratamento antes ou após-lavagem. A presença de tensuativos, que de outra forma são freqüentemente usados para formulações de agentes de fixação de cor, é portanto desnecessária. Além disto, os agentes de fixação de corante podem ser surpreendentemente combinados com agentes alvejantes,

5 jantes, o que portanto, permite que os mesmos sejam aplicados em conjunto com agentes alvejantes. Adicionalmente, os agentes de fixação de corante podem ser combinados muito bem com composições de lavagem e amaciadores de tecido comercialmente disponíveis.

Os Exemplos que se seguem ilustram a invenção. As partes  
10 aqui indicam partes em peso, a menos que de outra forma indicada.

Exemplo 1:

a) 206,4 partes de dietilenotriamina e 55,6 partes de etileno glicol são introduzidas à temperatura ambiente em um reator sob uma atmosfera de gás inerte e são aquecidas a 120°C sob uma corrente branda de  
15 nitrogênio. 128 partes de cloreto de amônio são então adicionadas em porções, no curso de uma hora, de modo que a temperatura interna permanece a 118°C. Após a adição estar completa, a mistura de reação é aquecida a 160°C e 218 partes de diciandiamida são assim adicionadas sob condições inertes no curso de uma hora, de modo que a temperatura interna permanece acima de 155°C. A mistura é então aquecida de 180 a 210°C e mantida naquela temperatura por cerca de 1 a 5 horas. Finalmente, 200 partes de água deionizada são adicionadas no curso de cerca de 20 a 25 minutos, e 665 partes de uma solução possuindo um teor de sólidos secos de 70% são obtidas.

25 b) 200 partes de uma mistura de reação obtida de acordo com  
a) são diluídas com 80 partes de água deionizada. A 90°C, são adicionadas 11,5 partes de ácido fosfórico no curso de 10 minutos. Após a adição estar completa, a mistura é resfriada à temperatura ambiente, com agitação. Um líquido amarelo-claro, límpido, possuindo um pH de 7,21 é obtido, o qual é  
30 ajustado com água deionizada a uma concentração final de 1% em peso de agente de fixação de corante, com base no peso total da solução.

Exemplo 2:

558,7 partes de uma mistura de reação obtida de acordo com o Exemplo 1a) são diluídas com 206,6 partes de água deionizada. A 50°C, 32,5 partes de ácido acético são adicionadas no curso de 12 minutos. Após a adição estar completa, a mistura é resfriada à temperatura ambiente com agitação. Um líquido amarelo-claro, límpido, possuindo um pH de 7,24 é obtido, o qual é ajustado com água deionizada a uma concentração final de 1% em peso de agente de fixação de corante, com base no peso total da solução.

Exemplos 3 a 11:

10 Procedendo-se conforme descrito no Exemplo 1, porém empregando ao invés de 11,5 partes de ácido fosfórico, uma quantidade apropriada de ácido oxálico, ácido propiônico, ácido succínico, ácido maléico, ácido glicônico, ácido sulfúrico, ácido benzóico ou ácido acrílico necessário para ajustar o pH para 7,2 são obtidas soluções análogas.

15 Exemplo 12:

a) Um tecido de algodão tingido com o corante C.I. Direct Blue 78 é pré-tratado em um banho aquoso contendo 18 g/litro da solução de agente de fixação que pode ser obtida de acordo com o Exemplo 1, a uma temperatura de 25°C e uma razão de licor de 10:1 por 5 minutos. O tecido 20 de algodão é então torcido e seco a 60°C.

O tecido de algodão pré-tratado daquela maneira é lavado em conjunto com um tecido de algodão branco, não-tingido, usando 10 g/l de uma composição de lavagem padrão (composição de lavagem padrão EMPA isenta de fosfato ECE (456 IEC), Suíça) a uma temperatura de 40°C 25 e uma razão de licor de 15:1 por 15 minutos. Os tecidos de algodão são então enxaguados com água de torneira, torcidos e secos à temperatura de 60°C.

b) Os procedimentos são conforme descritos de acordo com a), porém o tecido de algodão tingido não é pré-lavado com o agente de fixação 30 de corante.

O tecido de algodão não-tingido obtido de acordo com a) exibe significativamente menos manchamento do que o tecido de algodão não-

tingido, obtido de acordo com b).

Exemplos 13 a 22:

Pelo procedimento conforme descrito no Exemplo 12, porém usando, ao invés da solução do agente de fixação de corante, de acordo com o Exemplo 1, uma solução de acordo com um dos Exemplos 2 a 11, são obtidos resultados análogos.

Exemplo 23:

a) Um tecido de algodão tingido com o corante C.I. Direct Blue 78 é introduzido em conjunto com um tecido de algodão não-tingido, branco, em um banho de lavagem contendo 30 g de uma composição de lavagem líquida padrão e 30 g de Formulação A (ou B ou C) descrita abaixo, por kg de tecido de algodão e é lavada a uma temperatura de 25°C e em uma razão de licor de 10:1 por 20 minutos. O tecido de algodão é então enxaguado com água de torneira, torcido e seco a uma temperatura de 60°C.

15 b) Composição das formulações usadas

	Formulação A	Formulação B	Formulação C
Peróxido de hidrogênio	---	6% em peso	6% em peso
Agente de fixação de corante	---	---	2,5% em peso
Água (deionizada)	Para 100% em peso	Para 100% em peso	Para 100% em peso
pH	5,2	5,2	5,3

O ajuste do pH é, em cada caso, realizado usando ácido clorídrico. Uma composição que pode ser obtida de acordo com o Exemplo 2 é usada como o agente de fixação de corante, embora ela seja ajustada com água deionizada para uma concentração final de 33% em peso de agente de fixação de corante.

O tecido de algodão não-tingido obtido de acordo com a) exibe

significativamente menos manchas quando a Formulação C é usada do que o tecido de algodão não-tingido obtido quando a Formulação A ou B é usada.

Resultados análogos são obtidos quando, ao invés de um tecido de algodão tingido com o corante C.I. Direct Blue 78, um tecido de algodão tingido com o corante C.I. Direct Red 227, C.I. Direct Violet 66 ou C.I. Direct Yellow 106 é usado.

Exemplo 24:

a) O tratamento que se segue é realizado cinco vezes usando o mesmo tecido de algodão tingido, porém para cada novo ciclo, um novo tecido de algodão não-tingido é usado:

Um tecido de algodão tingido com o corante D.I. Direct Blue 78 é lavado em conjunto com um tecido de algodão branco, não-tingido, usando 3,8 g/litro de uma composição de lavagem padrão (composição de lavagem padrão ECE 77) a uma temperatura de 25°C e em uma razão de licor de 40:1 (água de torneira) por 10 minutos, é então enxaguado com água de torneira em uma razão de licor de 40:1 por 5 minutos e é então torcido. Os tecidos de algodão são então enxaguados por 5 minutos a uma temperatura de 25°C e em uma razão de licor de 40:1 usando água de torneira e 2 g/litro de uma composição amaciante de tecido disponível comercialmente compreendendo, adicionalmente, 1% em peso da solução do agente de fixação que pode ser obtida de acordo com o Exemplo 1. Os tecidos de algodão são então torcidos, e secos a uma temperatura de 60°C.

b) O procedimento é conforme descrito de acordo com a), porém nenhum agente de fixação de corante é usado.

O tecido de algodão não-tingido obtido de acordo com a) exibe, em todos os casos, significativamente menos manchas do que o tecido de algodão não-tingido quente, obtido de acordo com b).

Exemplo 25:

a) Um tecido de algodão tingido com corante C.I. Direct Blue 78 é pré-tratado em um banho aquoso contendo 2 g/litro (ou 10 g/litro) de uma composição amaciante de tecido disponível comercialmente contendo, adi-

cionalmente, 1% em peso da solução do agente de fixação que pode ser obtida de acordo com o Exemplo 1, a uma temperatura de 25°C e em uma razão de licor de 40:1 por 5 minutos. O tecido de algodão é então torcido, e seco a uma temperatura de 60°C.

5           O tratamento que se segue é realizado cinco vezes usando o mesmo tecido de algodão tingido, porém para cada novo ciclo, um tecido de algodão não-tingido, novo, é usado: O tecido de algodão pré-tratado, conforme descrito acima é lavado em conjunto com um tecido de algodão não-tingido, branco usando 3,8 g/litro da composição de lavagem padrão (com-  
10 posição de lavagem padrão ECE 77) a uma temperatura de 25°C e em uma razão de licor de 40:1 (água de torneira) por 10 minutos, é então enxaguado com água de torneira em uma razão de licor de 40:1 por 5 minutos e é então torcido. Os tecidos de algodão são então enxaguados por 5 minutos a uma temperatura de 25°C e em uma razão de licor de 40:1 usando água de tor-  
15 neira e 2 g/litro de uma composição amaciante de tecido disponível comer-  
cialmente contendo, adicionalmente, 1% em peso da solução de agente de fixação obtida de acordo com o Exemplo 1. Os tecidos de algodão são então torcidos e secos a uma temperatura de 60°C.

20           b) O procedimento é conforme descrito de acordo com a), porém nenhum agente de fixação de corante é usado.

O tecido de algodão não-tingido obtido de acordo com a) exibe, em todos os casos, significativamente menos manchas do que o tecido de algodão não-tingido quente, obtido de acordo com b).

Exemplo 26:

25           a) 5 g de um tecido de algodão tingido com corante C.I. Direct Blue 78 são lavados em conjunto com 5 g de um tecido de algodão branco, não-tingido usando 1,5 g/litro de uma composição de lavagem padrão con-  
tendo 1,65% em peso (ou 3,3% ou 13,3% em peso) da solução de agente de fixação obtida de acordo com o Exemplo 1, a uma temperatura de 40°C e  
30 em uma razão de licor de 15:1 (água de torneira) por 15 minutos e então enxaguado com água de torneira em uma razão de licor de 40:1 por 5 mi-  
nutos. Os tecidos de algodão são então torcidos e secos a uma temperatura

de 60°C.

b) O procedimento é conforme descrito de acordo com a), porém nenhum agente de fixação de corante é usado.

O tecido de algodão não-tingido obtido de acordo com a) exibe, 5 em todos os casos, significativamente menos manchas do que o tecido de algodão não-tingido correspondente, obtido de acordo com b).

Formulação da composição de lavagem usada:

- 7,5% em peso de benzenossulfonato de alquila
- 17% em peso alquil éter de sulfato
- 12,5% em peso de ácido láurico
- 10% em peso de Dobanol® 23-6,5 (tensoativo não-iônico com 10 base no etoxilato de álcool graxo)
- 5,5% em peso de citrato de trissódio
- 0,7% em peso de cloreto de alquiltrimetilamônio
- 6,0% em peso de etanol
- 6,0% em peso de isopropanol
- 5,2% em peso de hidróxido de potássio
- a quantidade apropriada do agente de fixação de corante mencionada acima (0, 1,65, 3,3 ou 13,3% em peso), e 15
- uma quantidade de água para fabricar 100% em peso.

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo para redução de perda de corante ou transferência de corante de materiais de fibra têxtil no setor doméstico com um agente de fixação de corante, caracterizado pelo fato de que compreende tratar os materiais de fibra têxtil com um agente de fixação de corante à base dos produtos de policondensação básicos de uma amina da fórmula:
- 5



em que

- R1, R2, R3 e R4 são, cada um, independentemente um do outro hidrogênio ou alquila que é não-substituída ou substituída com amino, hidróxi, ciano ou com C1-C4 alcóxi e
- 10

A é alquíleno opcionalmente substituído ou interrompido por um ou mais heteroátomos,

- a dita amina sendo reagida com um sal de amônio na presença de um solvente não aquoso e o produto protonado obtido é reagido com uma 15 cianamida a temperatura elevada, em que os produtos de policondensação são completa ou parcialmente neutralizados com um ácido orgânico ou inorgânico.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que A é C2-C20 alquíleno opcionalmente interrompido por -O-, -S-, -  
20 NH- ou por -N(C1-C4 alquil)- e/ou substituído com hidróxi, especialmente C2-C20 alquíleno interrompido uma ou mais vezes por -NH-.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que o composto da fórmula (1) é uma polietilenopoliamina, especialmente dietilenotriamina.

- 25 4. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que a cianamida é diciandiamida.

5. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que o ácido inorgânico ou orgânico é um ácido mono ou policarboxílico, ácido clorídrico, ácido fosfórico, ácido sulfúrico ou

uma mistura de pelo menos dois de tais ácidos.

6. Processo, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que o ácido é um ácido alifático C1-C12 mono- ou policarboxílico.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo  
5 fato de que o ácido é um ácido alifático C2-C12 policarboxílico, especialmente um ácido alifático C2-C6 policarboxílico.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que o ácido é um ácido alifático substituído com hidróxi C2-C6 poli-  
carboxílico.

10 9. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que o agente de fixação de corante é usado em conjunto com um agente alvejante.

15 10. Processo, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que um peróxido, especialmente peróxido de hidrogênio é usado como o agente alvejante.

11. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o processo é realizado sem tensoativos estarem presentes.

12. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1  
20 a 11, caracterizado pelo fato de que antes do procedimento de lavagem, os materiais de fibra têxtil são pré-tratados em um banho aquoso com o agente de fixação de corante.

25 13. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que durante o procedimento de lavagem, os materiais de fibra têxtil são tratados em um banho aquoso com o agente de fixação de corante, em conjunto com uma composição de lavagem ou como um constituinte de uma composição de lavagem.

30 14. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de que após o procedimento de lavagem, os materiais de fibra têxtil são tratados em um banho aquoso com o agente de fixação de corante, sem uma composição amaciante de tecido estando presente.

15. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que após o procedimento de lavagem, os materiais de fibra têxtil são tratados em um banho aquoso com o agente de fixação de corante, em conjunto com a composição amaciante de tecido ou como um constituinte de uma composição amaciante de tecido.

16. Formulação de lavagem para reduzir a perda de corante ou transferência de corante de materiais de fibra têxtil no setor doméstico, caracterizada pelo fato de que compreende um agente de fixação de corante à base dos produtos de policondensação de uma amina da fórmula:



10 a qual é reagida com um sal de amônio na presença de um solvente não aquoso e o produto protonado obtido é reagido com uma cianamida a temperatura elevada, em que os produtos de policondensação são completa ou parcialmente neutralizados com um ácido orgânico ou inorgânico,

15 R1, R2, R3 e R4 são, cada um independentemente um do outro hidrogênio ou alquila que é não-substituída ou substituída com amino, hidróxi, ciano ou com C1-C4 alcóxi e

A é alquíleno opcionalmente substituído ou interrompido por um ou mais heteroátomos.

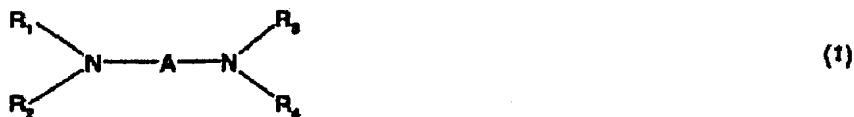
20 17. Formulação, de acordo com a reivindicação 16, caracterizada pelo fato de que o ácido é um ácido alifático C1-C12 mono- ou policarboxílico.

18. Formulação, de acordo com a reivindicação 16, caracterizado pelo fato de que o ácido é um ácido alifático C2-C12 policarboxílico, especialmente um ácido alifático C2-C6 policarboxílico.

19. Formulação, de acordo com a reivindicação 16, caracterizada pelo fato de que o ácido é um ácido alifático substituído com hidróxi C2-C6 policarboxílico.

20 Formulação de amaciante de tecido para reduzir a perda de 30 corante ou transferência de corante de materiais de fibra têxtil no setor do-

méstico, caracterizada pelo fato de que compreende um agente de fixação de corante à base dos produtos de policondensação básicos de uma amina da fórmula:



- a qual é reagida com um sal de amônio na presença de um solvente não aquoso e o produto protonado obtido é reagido com uma cianamida a temperatura elevada, em que os produtos de policondensação são completa ou parcialmente neutralizados com um ácido orgânico ou inorgânico,

R1, R2, R3 e R4 são, cada um independentemente um do outro hidrogênio ou alquila que é não-substituída ou substituída com amino, hidróxi, ciano ou com C1-C4 alcóxi e

A é alquíleno opcionalmente substituído ou interrompido por um ou mais heteroátomos.

21. Formulação, de acordo com a reivindicação 20, caracterizada pelo fato de que o ácido é um ácido alifático C1-C12 mono- ou policarboxílico.

22. Formulação, de acordo com a reivindicação 20, caracterizada pelo fato de que o ácido é um ácido alifático C2-C12 policarboxílico, especialmente um ácido alifático C2-C6 policarboxílico.

23. Formulação, de acordo com a reivindicação 20, caracterizada pelo fato de que o ácido é um ácido alifático substituído com hidróxi C2-C6 policarboxílico.

24. Agente de fixação de corante, caracterizado pelo fato de que é à base dos produtos de policondensação básicos de uma amina da fórmula:



- a qual é reagida com um sal de amônio na presença de um solvente não aquoso e o produto protonado obtido é reagido com uma cianamida a temperatura elevada, em que os produtos de policondensação são

completa ou parcialmente neutralizados com um ácido alifático C1-C12 mono- ou policarboxílico ou outro ácido acético,

R1, R2, R3 e R4 são cada um independentemente um do outro hidrogênio ou alquila que é não-substituída ou substituída com amino, hidróxi, ciano ou com C1-C4 alcóxi e

A é alquíleno opcionalmente substituído ou interrompido por um ou mais heteroátomos.

25. Agente de fixação de corante, de acordo com a reivindicação 24, caracterizado pelo fato de que o ácido é um ácido alifático C2-C12 policarboxílico, especialmente um ácido alifático C2-C6 policarboxílico.

26. Agente de fixação de corante, de acordo com a reivindicação 24, caracterizado pelo fato de que o ácido é um ácido alifático substituído com hidróxi C2-C6 policarboxílico.

## RESUMO

Patente de Invenção: "PROCESSO PARA REDUÇÃO DE PERDA DE CORANTE OU TRANSFERÊNCIA DE CORANTE DE MATERIAIS DE FIBRA TÊXTIL NO SETOR DOMÉSTICO COM UM AGENTE DE FIXAÇÃO DE CORANTE, FORMULAÇÕES DE LAVAGEM E DE AMACIANTE E AGENTE DE FIXAÇÃO DE CORANTE".

A presente invenção se refere a um processo para reduzir a perda de corante ou transferência de corante de materiais de fibra têxtil no setor doméstico com um agente de fixação de corante, que compreende tratar os materiais de fibra têxtil ou couro com um agente de fixação de corante, com base nos produtos de policondensação básicos de uma amina da fórmula:



a qual é reagida com um sal de amônio na presença de um solvente não aquoso e o produto protonado obtido é reagido com uma cianamida a temperatura elevada, em que os produtos de policondensação são completa ou parcialmente neutralizados com um ácido orgânico ou inorgânico,

$R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$  e  $R_4$  são, cada um independentemente um do outro hidrogênio ou alquila que é não-substituída ou substituída com amino, hidróxi, ciano ou com C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> alcóxi e

20 A é alquíleno opcionalmente substituído ou interrompido por um ou mais heteroátomos. A presente invenção também refere-se a novas formulações compreendendo o agente de fixação de corante e aos novos agentes de fixação de corante.