



República Federativa do Brasil  
Ministério da Economia  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(11) BR 112018013726-0 B1**



**(22) Data do Depósito: 04/01/2017**

**(45) Data de Concessão: 19/07/2022**

**(54) Título:** PROCESSO PARA REMOVER O CORANTE EM EXCESSO DE UM TECIDO DE POLIÉSTER TINGIDO E USO RELACIONADO

**(51) Int.Cl.:** D06P 3/54; D06P 5/04; D06P 1/653.

**(30) Prioridade Unionista:** 04/01/2016 GB 1600098.6.

**(73) Titular(es):** NIKWAX LIMITED.

**(72) Inventor(es):** DAVID JOHN ELLIS; NICHOLAS BROWN.

**(86) Pedido PCT:** PCT EP2017050163 de 04/01/2017

**(87) Publicação PCT:** WO 2017/118671 de 13/07/2017

**(85) Data do Início da Fase Nacional:** 04/07/2018

**(57) Resumo:** Um processo para remover o excesso de corante de tecido de poliéster tingido, incluindo a adição de uma solução de ácido orgânico fraco ao tecido em um vaso de tingimento, elevando a temperatura no vaso para pelo menos 80 °C, permitindo que o ácido reaja com o tecido por pelo menos 6 minutos e removendo todo o líquido.

**PROCESSO PARA REMOVER O CORANTE EM EXCESSO DE UM TECIDO DE  
POLIÉSTER TINGIDO E USO RELACIONADO**

**CAMPO TÉCNICO**

[001] A presente invenção refere-se a um processo para remover o excesso de corante do tecido de poliéster tingido. Em particular, se refere ao uso de um ácido orgânico fraco, tal como ácido ascórbico ou ácido cítrico, para remover o excesso de corante.

**FUNDAMENTO**

[002] O tingimento comercial de têxteis ou tecidos consiste em geral na imersão do tecido em um banho de tingimento contendo uma solução apropriada do corante, até que a tonalidade desejada seja alcançada através da absorção do corante no tecido. Como existem inúmeras variáveis que podem alterar a eficiência da absorção do corante é convencional adicionar mais corante ao banho de tingimento do que é necessário e controlar a extensão ou profundidade do tingimento pelo tempo. A consequência desta abordagem é que são necessárias etapas adicionais para remover o excesso de corante não fixado do tecido após o tingimento ter sido completado. Sem a remoção dos problemas de corante em excesso, tais como escorrimento do corante (*dye run*) ou transferência do artigo acabado pode ocorrer. Além disso, pode levar a contaminação à jusante da instalação de processamento.

[003] O tingimento de tecido de poliéster não é particularmente fácil porque a natureza das fibras do componente polimérico é tal que elas são extremamente hidrofóbicas. Além disso, as fibras não são dissolvidas ou degradadas por solventes orgânicos. De modo a obter um

tingimento eficaz do tecido de poliéster tem sido necessário utilizar corantes especializados e condições adversas em equipamento especializado.

[004] O tecido de poliéster é tipicamente tingido usando corantes dispersos. Esses corantes dispersos são corantes prontos para uso que não possuem qualquer caráter iônico e, como tal, são insolúveis ou pouco solúveis em água sob condições ambiente. Estes corantes são utilizados no processo de tingimento dispersando os mesmos em água acidificada a temperaturas elevadas, por exemplo, 80°C a 100°C, ou a ambos, temperatura e pressão, elevadas, por exemplo, de 105°C a 140°C e de 1,1 a 3,6 bar. Tais condições resultam na difusão do corante nas fibras de poliéster plastificado para formar uma dispersão molecular na matriz polimérica.

[005] Agentes dispersantes e produtos químicos transportadores são comumente usados no tingimento de tecidos de poliéster. Agentes dispersantes são necessários para manter o volume da maior parte do corante disperso pouco solúvel em um estado homogêneo em todo o licor do banho de tingimento. Tais agentes dispersantes são tensoativos tipicamente fortes tais como alquil sulfonatos e alquilaril sulfonatos. Produtos químicos transportadores são substâncias que são designadas para dilatar as fibras e ajudar a facilitar a difusão do corante disperso no tecido. Substâncias químicas transportadoras típicas que podem ser usadas são baseadas em éteres de glicol.

[006] Uma vez que uma intensidade de cor suficiente tenha sido alcançada no tecido é necessário remover o

excesso de corante. Como o tingimento de tecido de poliéster com corantes dispersos é um processo de difusão, haverá uma certa acumulação de corante adsorvido na superfície do tecido que não se difundiu no seio do mesmo. Esse acúmulo de corante terá uma fixação mais tênue ao tecido, resultando em problemas no tecido acabado, tais como enfraquecer a tonalidade do tecido. Também pode afetar a firmeza da lavagem e da fricção do corante.

[007] O processo de remoção do corante em excesso que serve para eliminar estes problemas é chamado de limpeza de redução. Limpeza de redução geralmente usa um agente redutor forte em alta temperatura e pH para remover o excesso de corante. O reagente mais comumente utilizado na limpeza de redução é o ditionito de sódio na presença de hidróxido de sódio. Este reagente tem várias desvantagens, não menos importante, a sua reatividade que leva a complicações no manuseio. É instável em condições não alcalinas onde a decomposição ocorrerá, resultando ainda em combustão espontânea. Outra desvantagem do uso de ditionito de sódio é que ele atua como um agente de sulfonação que pode atuar sobre quaisquer tensoativos residuais remanescentes no tecido. Isso pode fazer com que qualquer tensoativo residual se torne persistente. Uso de tais compostos contendo enxofre também sofre da desvantagem que quando os compostos não são prontamente biodegradáveis, as águas residuais do processo precisam ser extensivamente tratadas antes que possam ser devolvidas aos cursos de água.

[008] A patente US No. 6.730.132 descreve um processo

para a limpeza de redução de têxteis de poliéster que compreende a adição ao licor de tingimento ácido ou banho de lavagem uma composição de pós tratamento que compreende ditionito/aceptor de ácido sulfinato opcionalmente misturado com sulfonato.

[009] Foi verificado agora que, adicionando um ácido orgânico fraco ou sal do mesmo, tal como o ácido ascórbico ou ácido cítrico, ou um o sal do mesmo, como o agente de limpeza de redução para o tecido de poliéster tingido, de preferência após a remoção de licor de tingimento, aquecendo por um período de tempo e subsequentemente removendo o líquido, o excesso de corante é rapidamente removido do tecido de poliéster tingido sem a necessidade de usar compostos contendo enxofre.

### **Sumário da invenção**

[0010] De acordo com a invenção é fornecido um processo para remover o excesso de corante do tecido de poliéster tingido compreendendo a adição de uma solução de um ácido orgânico fraco, ou um sal do mesmo, ao tecido em um recipiente de tingimento, o aumento da temperatura e permitir que o ácido, ou sal do mesmo, permaneça em contato com o tecido por um período de tempo, seguido pela remoção de todo líquido.

### **Descrição das modalidades**

[0011] O ácido orgânico fraco é um ácido de Bronsted que contém pelo menos 4 átomos de carbono, e que tem um valor de  $pK_a$  ou  $pK_{a1}$  de pelo menos 1, e preferencialmente um valor de  $pK_a$  ou  $pK_{a1}$  inferior a 5. Uma faixa de  $pK_a$  ou  $pK_{a1}$  preferida varia de 3 a 4,5. O valor de  $pK_{a1}$  refere-se ao

primeiro próton dissociado para ácidos multiprotônicos. Exemplos de tais ácidos incluem ácido ascórbico, ácido cítrico, ácido caprílico, ácido adípico, ácido succínico, ácido maleico e ácido butírico. Exemplos preferidos são o ácido ascórbico e o ácido cítrico. Sais do ácido orgânico fraco também podem ser usados. Exemplos destes sais incluem os que têm cátions monovalentes, tais como sais de metais alcalinos. Os sais preferidos são sais de sódio ou potássio. O ácido ascórbico, ou um sal do mesmo, é o mais preferido. Um ou mais ácidos orgânicos fracos e/ou sais dos mesmos podem ser usados.

[0012] Na discussão que se segue, salvo indicação em contrário, referência a "ácido orgânico fraco" ou exemplos dos mesmos também inclui referência aos sais dos mesmos.

[0013] A temperatura no recipiente é de preferência aumentada a um valor na faixa de 60°C a 100°C, mais preferivelmente de 75°C a 80°C ou, pelo menos, de 80°C.

[0014] O ácido orgânico fraco é preferivelmente mantido em contato com o tecido por pelo menos 6 minutos para permitir que ele reaja com o tecido tingido. De preferência, o tempo de contato é de até 60 minutos.

[0015] De preferência, o líquido de tingimento é removido do recipiente de tingimento antes da adição do ácido orgânico fraco. Alternativamente, se um tecido de poliéster já tingido estiver exibindo baixa solidez do corante, é possível reprocessar o tecido tingido utilizando o processo da invenção para remediar o problema. Nesta situação, o tecido tingido seco pode ser carregado em um banho de tingimento ou em um recipiente adequado, ao qual

pode ser adicionado água e uma quantidade apropriada do ácido orgânico fraco.

[0016] O ácido orgânico é adicionado à uma taxa de 80 g a 120 g por litro, se, por exemplo, o líquido de tingimento não é removido antes do ácido orgânico ser adicionado. Alternativamente, se o licor de tingimento é removido antes da adição do ácido orgânico 2 g a 50 g por litro, de preferência 2 g a 10 g, mais preferencialmente 5 g por litro do ácido são usados.

[0017] Após a remoção de todo o líquido, o tecido de poliéster é, de preferência, enxaguado com água à temperatura ambiente, o qual, em seguida, é fiado e seco.

[0018] Em uma modalidade, um ácido orgânico fraco, ou um sal do mesmo que é ainda é ácido, é usado como agente de limpeza de redução. Em contraste com o processo de limpeza de redução usado anteriormente utilizando ditionito de sódio, este tem a vantagem que não é necessário alterar o pH entre a etapa de tingimento, que é tipicamente realizada a um pH baixo, e a etapa de lavagem de redução.

[0019] Se, no entanto, o tecido de poliéster tingido for subsequentemente tratado, por exemplo, para torná-lo repelente à água, então, seguindo o tratamento de limpeza de redução usando um ácido orgânico fraco, o pH é aumentado entre pH 9 e pH 12. Isto é conseguido pela adição de um hidróxido alcalino tal como hidróxido de sódio, hidróxido de potássio ou hidróxido de amônio a uma taxa de 1,4 g a 1,7 g por litro.

[0020] De acordo com um segundo aspecto da invenção é possível usar um ácido orgânico fraco para remover o

corante em excesso de um tecido de poliéster tingido em que uma solução do ácido orgânico fraco é adicionada ao tecido em um recipiente de tingimento, a temperatura no recipiente é aumentada para pelo menos 80°C e o ácido é deixado reagir com o tecido por pelo menos 6 minutos. Todo líquido é posteriormente removido.

[0021] Uma vantagem do processo da presente invenção é que evita a necessidade de usar compostos contendo enxofre, tais como ditionito de sódio, que atuam como agentes de sulfonação que podem atuar sobre tensoativos residuais remanescentes no tecido tornando os tensoativos mais persistentes. Esta persistência causa problemas nos processos de acabamento têxtil posterior tal como a aplicação de tratamentos repelentes à água para o tecido de poliéster.

[0022] Outras vantagens do uso de um ácido orgânico fraco no processo de limpeza de redução são que o processo é mais seguro para operar, menos poluente ao meio ambiente bem como sendo mais barato para operar.

[0023] A presente invenção será ainda descrita por meio de referência aos exemplos seguintes.

#### Exemplo 1

[0024] Em um recipiente de tingimento adequado, um banho de tingimento foi preparado para a composição seguinte, adicionando subsequentemente, enquanto se misturam continuamente, os componentes abaixo:

Água (40 ° C, deionizada) - 5 litros

Transportador (DOWANOL EPh, Dow Chemicals) - 50 g (10 g/litro)

Agente dispersante (Basojet® PEL-200, BASF Chemicals) - 50 g (10 g/litro)

Corante (Permasil Vermelho F3BS 150%, Standard Colors) - 150 g (30 g/litro)

[0025] Após a adição do corante, a temperatura do banho foi lentamente aumentada a uma taxa de aproximadamente 1°C/minuto até 95°C. Neste ponto, o pH do banho de tingimento foi ajustado para entre 4,0 e 5,0 com a adição de ácido acético (grau técnico de 80%) - 25 g (5 g/litro).

[0026] Uma amostra de 500 g de tecido de microfibra de poliéster não tingida com um peso de 215 g/m<sup>2</sup> foi adicionada ao banho de tingimento. Com mistura contínua, o banho de tingimento foi aquecido até a fervura e mantido a uma temperatura constante durante um período de 90 minutos. Durante esse tempo, o pH do banho de tingimento foi mantido pela adição de doses adicionais de ácido acético a uma taxa de 5 g a cada 15 minutos, se necessário.

[0027] Após 90 minutos, o banho de tingimento foi deixado para resfriar até uma temperatura de 60°C antes de os conteúdos líquidos do recipiente de tingimento terem sido drenados. O tecido foi então lavado no recipiente de tingimento com três lavagens separadas de Tergitol 15-S-7 (10 g em 5 litros de água deionizada a 60°C por dois minutos).

[0028] O recipiente de tingimento foi então reabastecido com água (5 litros de água deionizada a 60°C) e hidróxido de sódio foi adicionado (20 g, 4 g/litro). A temperatura dos conteúdos do recipiente de tingimento foi então aumentada para 80°C e o seguinte foi adicionado na

ordem prescrita:

Agente dispersante (BASOJET® PEL-200, BASF Chemicals) - 20 g (4 g/litro)

Citrato trissódico dihidratado (Jungbunzlaur) - 50 g (10 g/litro)

[0029] A temperatura dos conteúdos do recipiente de tingimento foi mantida a 80°C durante mais 25 minutos. O recipiente de tingimento foi então drenado dos conteúdos líquidos. O tecido foi então enxaguado usando cinco cargas separadas de água (5 litros de água deionizada a 20°C durante dois minutos). No enxágue final, o pH do corante foi reduzido para entre 6,0 e 7,0 com a adição de ácido acético (grau técnico de 80%). O recipiente de tingimento foi então drenado dos conteúdos líquidos e o tecido tingido foi recuperado e seco ao ar.

[0030] A solidez da cor do tecido final foi avaliada pelo método de teste 8-2013 da Associação Americana de Químicos Têxteis e Coloristas (AATCC) (Solidez da cor a desbotamento por fricção (*crocking*): AATCC Método Crockometer) em ambas amostras úmida e seca. Os resultados foram avaliados em relação à escala de transferência cromática AATCC. Ambas as amostras foram avaliadas como tendo um grau de 4,5, que indica um nível aceitavelmente baixo de transferência de corante do tecido de teste.

#### Exemplo 2

[0031] Um lote de 50 kg de tecido de microfibra de poliéster preto tingido (peso de tecido de 150 g/m<sup>2</sup>) que estava mostrando solidez do corante inaceitavelmente baixa foi reprocessado para resolver o problema.

[0032] O tecido foi carregado em uma máquina de tingimento de alta temperatura Minitec3-1T da Fong. O tanque de serviço da máquina foi carregado com os seguintes componentes na ordem prescrita:

água (20°C, deionizada) - 150 litros

hidróxido de sódio - 400 g

ácido ascórbico - 750 g

[0033] Uma vez que os conteúdos do tanque de serviço estavam completamente dissolvidos, os conteúdos do tanque foram carregados para o circuito de tingimento. Após o carregamento, o sistema de bombeamento por jato da máquina foi ativado para permitir a circulação da corda do tecido. A temperatura no conteúdo da máquina é aumentada usando o aquecedor embutido a 90°C. A circulação do tecido foi continuada por um período de 60 minutos. Após esse tempo, o sistema de bombeamento por jato da máquina foi desligado e a máquina foi esvaziada de líquido. A máquina foi então recarregada através da adição de 200 litros de água (20°C, deionizada) do tanque de serviço, o qual, após, o tecido foi circulado com o sistema de bombeamento por jato por 10 minutos. O pH dos conteúdos da máquina foi então ajustado para 7,0 pela adição de ácido acético (grau técnico de 80%) através do tanque de serviço (tipicamente 24 g/litro). Os conteúdos líquidos da máquina foram então drenados e o tecido foi removido através da porta de serviço.

[0034] Após secagem ao ar por 48 horas, a solidez da cor do tecido final foi avaliada usando o método de teste 8-2013 da Associação Americana de Químicos Têxteis e Coloristas (AATCC) (Solidez da cor a desbotamento por

fricção (*crocking*): AATCC Método Crockometer) em ambas amostras molhada e seca. Os resultados foram avaliados em relação à escala de transferência cromática AATCC. Ambas amostras foram avaliadas como tendo um grau de 5 o que indica que não há transferência de cor detectável da amostra.

### REIVINDICAÇÕES

1. Processo para remover o corante em excesso de um tecido de poliéster tingido, caracterizado pelo fato de que compreende (a) adicionar um agente de limpeza de redução que é um ácido orgânico fraco, ou sal do mesmo, ao tecido em um recipiente de tingimento, (b) aumentar a temperatura no recipiente, (c) permitir o ácido, ou sal do mesmo, permanecer em contato com o tecido por um período de tempo, (c1) aumentar o pH para entre pH 9 e pH 12, e (d) remover todo o líquido.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que compreende a etapa adicional de remover o licor de tingimento do recipiente de tingimento antes de (a).

3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que na etapa (c) o ácido orgânico fraco, ou sal do mesmo, permanece em contato com o tecido durante pelo menos 6 minutos e/ou por até 60 minutos.

4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que na etapa (b) a temperatura no recipiente é aumentada para um valor na faixa de 60 a 100°C.

5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que o ácido orgânico fraco é selecionado entre aqueles que têm pelo menos 4 átomos de carbono e um valor de  $pK_a$  ou  $pK_{a1}$  de pelo menos 1.

6. Processo de acordo com a reivindicação 5,

caracterizado pelo fato de que o ácido orgânico fraco é ácido ascórbico, ou sal do mesmo.

7. Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que o ácido orgânico fraco é ácido ascórbico.

8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que o sal do ácido orgânico fraco é selecionado de um sal de metal alcalino, e é preferivelmente selecionado de um sal de sódio ou potássio.

9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que compreende a etapa adicional de enxaguar o tecido com água na temperatura ambiente após a remoção de todo líquido.

10. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que um hidróxido alcalino é usado para aumentar o pH, que é preferivelmente selecionado de hidróxido de sódio, hidróxido de potássio ou hidróxido de amônio.

11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o ácido orgânico fraco, ou o sal do mesmo, é adicionado a uma taxa de 80 g a 120 g por litro.

12. Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que o ácido orgânico fraco, ou sal do mesmo, é adicionado a uma taxa de 2 g a 50 g por litro, de preferência 2 g a 10 g por litro, mais preferivelmente 5 g por litro.

13. Uso de (i) um agente de limpeza de redução que é um

ácido orgânico fraco, seguido de (ii) um hidróxido alcalino para aumentar o pH para entre pH 9 e pH 12, caracterizado pelo fato de que é para remover o corante do poliéster tingido.