

Certificado de Adición a la
Patente Española
N^o 129.507, Expedida en 30 de Marzo 1933.

MEMORIA

descriptiva sobre "Mejoras introducidas en el objeto de la
patente principal"

FOR

Imperial Chemical Industries Limited.

DE

Sondres,

Inglaterra.

CERTIFICADO DE ADICION.

I. C. I. Case 2.514.



Memoria descriptiva

15 EN

sobre

"Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal
"Nº 129.967, expedida con fecha 30 de Marzo de 1933, sobre:
"UN PROCEDIMIENTO PARA DESPRENDER Y DESCARGAR LOS TINTES DE
"LOS TEJIDOS".

SOLICITANTES: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, residentes
en: Imperial Chemical House, Millbank, Londres,
Inglaterra.

Los tintes de los llamados colores azóicos del tipo Brenthol AS, o sea de aquellas materias tintóreas azóicas producidas por la combinación de una arilamida hidroxinaftoica 2:3 sobre la fibra, con diazocompuestos apropiados son, como

5. es bien sabido, generalmente fijos y muchos de ellos son tan sumamente fijos que se resisten a los agentes de blanqueo, siendo prueba de ello la prominente fijeza y resistencia al hervido y al cloro de semejantes tintes. Sin embargo, a veces suele ser necesario quitar el tinte de la tela a

10. causa de defectos en el tinte, o por otras razones, y si bien esta eliminación o descarga es relativamente fácil cuando se lleva a cabo de un modo local, como en los procedimientos de estampación, resulta muy difícil de llevar a cabo y a un coste prohibitivo (debido a la necesidad de emplear cantidades

15. excesivas de agentes de desprendimiento), cuando se precisa



que desaparezca por completo un tinte sólido.

En la patente española N^o 129.967 se describe un invento que tiene por objeto establecer un procedimiento sumamente ventajoso desde el punto de vista técnico, a la par que económico, de desprendimiento de tintes destinado especialmente a hacer que desaparezcan por completo los tintes o matices sólidos producidos por colores azóicos, según queda descrito.

Dicha finalidad se consigue con arreglo al expresado invento tratando la materia textil teñida con colores azóicos en un licor reductor químico (que podrá ser ácido, aloalino o neutro), que contenga una amina o sal de amina, preferentemente una sal de amonio cuaternaria uno de cuyos radicales comprende una cadena de carbón recta o ramificada de 10 átomos de carbono por lo menos.

El líquido o solución podrá ser ya débilmente alcalina, ya neutra, ya débilmente ácida, pero será preferible que sea ácida cuando la amina no sea una sal cuaternaria de amonio. Además, si bien los tintes de colores azóicos antes citados, al ser aplicados sobre lana o seda u otra fibra animal, pueden ser eliminados o desprendidos satisfactoriamente en un baño alcalino, se corre cierto riesgo debido a la posibilidad de que se estropee la fibra a consecuencia de la presencia del álcali, siendo por lo tanto preferible someter dichas fibras a tratamiento en un baño de una acidez muy tenue. También es potestativo tratar las fibras vegetales de la misma manera. La acidez puede ser producida por medio de un ácido mineral u orgánico. La fibra queda entonces perfectamente blanca o si acaso muy ligeramente coloreada. En este último caso, tratándose de fibra vegetal se podrá aplicar un tratamiento suplementario al cloro o químico a fin de mejorar el fondo. Tratándose de fibras animales suele ser conveniente un tratamiento suplementario con peróxido.

Las aminas o sales de amina convenientes son, por ejemplo, el *B*-dietilaminoetiloleilo de amida o su acetato o hidrocioruro, la heptadocilamina o su hidrocioruro (véase



tratado de Hoffmann, de 1882, 15, 774), y las sales cuaternarias de amonio apropiadas son, por ejemplo, bromuro de octadecilopiridinio, bromuro de cetilopiridinio (véase patente inglesa N^o 379.396), el cloruro de cetilopiridinio, (véase 55. patente inglesa N^o 392.763,) el bromuro de octadecilotrometilamonio (del yoduro de octadecilo y la trimetilamina), el bromuro de cetilotrimetilamonio, el bromuro de cetilotrietilamonio, el yoduro de cetilotrimetilamonio, el sulfato de p-estearoamido-fenilotrimetilamonio, el metosulfato de β -estearoamidoetilo- 60. dietilamina, (véase la patente inglesa N^o 294.582) o el bromuro de β -hidroxietilo-N-octadecilo de morfolinio (que se prepara calentando juntas cantidades equimoleculares de bromuro de β -hidroxietilomorfolina y octadecilo a 140-145^o C)

Con arreglo al presente invento que consiste en 65. un perfeccionamiento o modificación del que se describe en la memoria de la citada patente principal se añade una pequeña cantidad de antraquinona o hidróxido, amina halógeno o antraquinona sustituida por álcali, en el proceso de desprendimiento anteriormente citado.

70. Para la realización práctica del invento se añade al material teñido una solución acuosa diluida y caliente de un agente reductor como por ejemplo hidrosulfito de sodio, que contenga una pequeña proporción de la sal de amonio cuaternaria y la antraquinona o un derivado de ésta.

75. Entonces se verá que el material textil es incoloro, o que a lo sumo tiene tan solo un ligerísimo tinte. Se podrá hacer blanco o tan solo muy ligeramente teñido por un tratamiento subsiguiente, si es preciso, en una solución débil de hipoclorito de sodio u otra solución de blanqueo.

80. El presente procedimiento ofrece varias ventajas sobre el procedimiento que se describe en la patente española N^o 129.967. El procedimiento, generalmente hablando, podrá llevarse a cabo a una temperatura más baja que cuando se prescinde de la adición de antraquinona al baño, y cuando 85. se reduce con frecuencia el tiempo necesario para que una



acción descolorante o de desteñido pueda ser eficaz. Además facilita el descoloramiento o eliminación de determinados colores azóicos que son muy difíciles de hacer desaparecer de la fibra por los procedimientos hoy conocidos. Por

90. último ofrece este procedimiento especial interes en el desteñido o eliminación de colores azóicos de la seda natural por ser los tintes de esta fibra más resistentes a la acción de agentes descolorantes que lo son los correspondientes teñidos en fibra de algodón.

95. El invento comprende tambien nuevas preparaciones para el desteñido de fibras textiles, preparaciones que comprenden una amina o sal de amina, según queda explicado, y antraquinona o un derivado de la antraquinona, en unión, si se quiere, de un hidrosulfito soluble.

100. Los siguientes ejemplos, en los que las partes se indican en peso, son demostrativos, pero no limitativos del invento.

EJEMPLO 1

105. Un hilado de algodón teñido de un color profundo por medio de Brenthol AT (diacetoacetic toluídulo), en unión de hidrocioruro de 4-cloro-2-amitolueno diazotizado, es tratado por espacio de 30 minutos a 85-90° C en 40 veces su peso de una solución acuosa que se prepara añadiendo

110. 1.25 partes de sosa cáustica, 1.25 partes de hidrosulfito de sodio (polvo concentrado) y 0.5 partes de bromuro de trimetilocetiloamonio a 1.000 partes de agua, en la que se diseminan 0.5 partes de antraquinona finamente pulverizada.

Con este tratamiento se rebaja el color del hilo a un matiz amarillo pálido, que se puede eliminar hasta que
115. quede el hilado blanco del todo mediante tratamiento por espacio de 30 minutos en una solución de hipoclorito de sodio (1/4 Tw).

EJEMPLO 2.

120. Un hilado de algodón teñido con un color profundo por medio de Brenthol AS (aniluro de ácido 2:3 hidroxinaftoico)



unido a 5 partes de cloro-2-aminotolueno diazotizado se calienta por espacio de 30 minutos a 50° C en 40 veces su peso de una solución acuosa que se prepara añadiendo 2.5 partes de sosa cáustica, 4 partes de hidrosulfito de sodio (polvo concentrado) y 0.5 partes de bromuro de trimetilacetilamonio a 1.000 partes de agua en las que se diseminan 0.5 partes de antraquinona finamente pulverizada. El color es descargado. Un tratamiento en una solución fría de hipoclorito de sodio ($\frac{1}{2}$ Tw.) hace desaparecer el color residuario y se obtiene un hilo perfectamente blanco.

Un correspondiente tratamiento en que se prescinda de la antraquinona reduce el color a un matiz rojo pálido, mientras que un tratamiento en que se supriman tanto la antraquinona como el bromuro de trimetilacetilamonio deja el color casi inalterado.

EJEMPLO 3.

Un hilado de algodón teñido a un color profundo, por medio de Brenthol BT (p-cloroaniluro de 2-hidroxicarboazol-3 de ácido carboxílico) unido a 5-nitro-o-anisidina diazotizada es tratado durante 16 horas a 20° C en 40 veces su peso de una solución acuosa de la misma composición que la descrita en el ejemplo 2. Después se aclara el hilo y se traslada a una solución fría de hipoclorito de sodio ($\frac{1}{2}$ Tw.) por espacio de media hora. Seguidamente se lava sumergiéndolo en ácido clorhídrico diluido, por espacio de breves minutos, se aclara y se seca, quedando el color del hilo de un tinte castaño claro.

Tratando el hilo teñido de una manera correspondiente, y suprimiendo la adición de antraquinona, quedará aquel desteñido a un matiz castaño claro, mientras que con un tratamiento en que se supriman tanto la antraquinona como el bromuro de trimetilacetilamonio, no se obtendrá prácticamente efecto alguno de desteñido.

EJEMPLO 4.

Un tratamiento de un hilo teñido a un color profundo



por medio de Brenthol AT (diacetoacetitoloiouro) unido a 5-nitro-o-anisidina diazotizada por el mismo método y empleando una solución que sea de la misma composición que la empleada en el ejemplo 3, rebaja el color a un naranja pálido.

160. Un correspondiente tratamiento en que se suprime la antraquinona reduce el color a un matiz amarillo anaranjado intermedio, al paso que un tratamiento en que se supriman tanto la antraquinona como el bromuro de trimetilocetilo-
165. amonio no producirá prácticamente efecto alguno de desteñido.

EJEMPLO 5.

Un tratamiento de hilado de algodón teñido a un matiz profundo por medio de Brenthol BA (anisidiuro-4-bromo-o- de ácido 2:3-hydroxinaftoico) unido a dianisidina tetrazotizada, por el mismo método y empleando una solución de la misma composición que la empleada en el ejemplo 3, rebaja el color a un tinte grisáceo pálido.

170. Un correspondiente tratamiento en que se suprime la antraquinona reduce el color a un matiz pálido mate,
175. mientras que un tratamiento en que se supriman la antraquinona y el bromuro de trimetiloamonio produce escasamente variación alguna en el matiz azul profundo primitivo.

EJEMPLO 6.

Un hilado de seda pura teñido a un matiz profundo por medio de Brenthol BA unido a una base KB de rojo fijo diazotizado, se pone a calentar hasta que hierva en 40 veces su peso de una solución acuosa que se prepara añadiendo una parte de ácido acético al 30%, 2 partes de formosol y 0.5 partes de bromuro de trimetilocetiloamonio, a 1.000 partes de agua en las que se hallan diseminado 0.5 partes de antraquinona finamente pulverizada. El color es descargado después de unos 30 minutos transcurridos los cuales el hilo se aclara y se le puede aplicar un subsiguiente tratamiento con peróxido de hidrógeno (un volumen) a 85-90° C., por
185. espacio de una hora a fin de eliminar las manchas amarillentas
190.



debidas a productos de descomposición.

Un tratamiento con una solución correspondiente en que se suprime la antraquinona tendrá que ser llevado a cabo por espacio de una hora antes de que el color sea
195. descargado

EJEMPLO 7.

Un tratamiento de un hilado de seda pura teñida a un matiz profundo por medio de Brenthol CT (tolouiro-5-cloro-o-
de 2:3 ácido hidroxinaftoico) unido a 5-cloro-2-amino-
200. tolueno diazotizado, por el mismo procedimiento y empleando una solución de la misma composición que en el ejemplo 6, hace desaparecer el color al cabo de 30 minutos.

Un correspondiente tratamiento en que se suprime la antraquinona produce un desteñido muy escaso después de
205. 30 minutos, y requiere ser llevado a cabo por espacio de dos horas y media para que se descargue o desaparezca el color por completo.

EJEMPLO 8

Un hilado de seda pura teñido a un matiz profundo por medio de Brenthol BA unido a anisidina 4-nitro-o-
210. diazotizada se calienta hasta que hierva, en 40 veces su peso de una solución que se prepara disolviendo 2 partes de ácido acético, ^{al 30%} 4 partes de formosol y 0.5 partes de bromuro de trimetilododeciloamonio en 1.000 partes de agua
215. a la cual se añaden 0.5 partes de antraquinona en polvo fino. El color desaparece después de aplicar calor por espacio de 40 minutos.

Aplicando un tratamiento de la misma duración y empleando una solución análoga solo que suprimiendo la antraquino-
220. na, el hilo solo quedará desteñido a un color rosa pálido.

N O T A.

=====

Habiendo ya descrito ampliamente la naturaleza del invento, así como la manera de llevarlo a cabo en la práctica,
225. se hace constar que las disposiciones anteriormente descritas



son susceptibles de ligeras modificaciones de detalle sin que por ello se altere el principio fundamental del invento y por lo que se solicita Certificado de Adición en España, es por: "Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal
230. Nº 129.967, expedida en 30 de Marzo de 1933, sobre: "UN PROCEDIMIENTO PARA DESPRENDER Y DESCARGAR LOS TINTES DE LOS TEJIDOS"; caracterizándose dichas mejoras por lo siguiente ;

1º.- Un procedimiento que comprende el incluir en el baño de desteñido una pequeña cantidad, como por ejemplo
235. 0.05% en peso de antraquinona o de una antraquinona sustituta que lleve como substitutivos hidróxilo, hálógeno, amina o grupos alquilos.

2º.- Un procedimiento para el desteñido de materiales textiles teñidos con colores azóicos, según queda substancialmente definido y descrito con referencia a cada uno
240. de los ejemplos que anteceden.

3º.- Un procedimiento de preparación de una nueva composición de materia útil para desteñido o descoloración de textiles que consiste en preparar una mezcla de
245. una amina o sal de amina, uno de cuyos radicales comprende una cadena de carbón recta o ramificada que habrá de contener diez átomos de carbón por lo menos, y antraquinona o un producto substitutivo de la misma, según queda descrito.

4º.- Un procedimiento de preparación de una
250. composición de materia descolorante, con arreglo a la reivindicación 3ª, en la que hay presente como sal amina un compuesto de amonio cuaternario.

5º.- Un procedimiento de preparación de composición de una materia con arreglo a las reivindicaciones 3ª y
255. 4ª, en la que se añade un agente reductor.

"Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.



- 9 -

Esta memoria consta de nueve hojas escritas
por una sola cara.

Madrid, 15 de Enero de 1935.

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

P. P.