



209227

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

209227

por "PROCEDIMIENTO PARA EL DESMONTADO, O RESPECTIVAMENTE, ACLARADO DE COLORACIONES A BASE DE COLORANTES PARA LANA", a favor de la razón social suíza CIBA, SOCIETE ANONYME, domiciliada en BASILEA, Suíza.

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para el desmontado, o respectivamente, aclarado de coloraciones a base de colorantes para lana.

5. Se ha encontrado que se pueden desmontar, o respectivamente, aclarar coloraciones a base de colorantes para lana, sobre fibras que contienen nitrógeno, tales como lana, seda, fibras sintéticas de naturaleza similar, a base de caseína, o fibras de poliamidas o poliuretano, pero particularmente aquellas que han sido aplicadas sobre la lana, si se trata el material teñido con productos reaccionales de a lo menos 4 moles de un óxido de alfa, beta-alquileno, sobre 1 mol de un compuesto orgánico que presenta por lo menos un grupo amino primario o secundario, básico, o un grupo amino terciario básico y, además, aún, un grupo hidroxilo alcohólico, sus sales o sales de amonio cuaternarias, de ellos derivadas.
- 10.
- 15.



209227

Como materias de partida para la preparación de los productos reaccionales a aplicar según el invento, entran en consideración, óxidos de alfa,beta-alquilenos, como óxido de etileno, óxido de propileno, o glicido. Se obtienen productos particularmente valiosos partiendo de óxido de etileno.

5.

Como compuestos orgánicos que presentan a lo menos un grupo amino primario o secundario básico, o un grupo amino terciario básico y, además, aún un grupo hidroxilo alcohólico, pueden llegar a aplicación las aminas de las series alifática, aromática y alicíclica. De la serie alifática se citan: monoaminas, por ejemplo, metil-, etil-, dietil-, butil-, hexil-

10.

amina, dodecilamina, cetil-, oleil-, octadecilamina, además, poliaminas como etilendiamina o trietilentetramina. También se puede recurrir a derivados básicos de tales aminas, tales

15.

como ésteres de oxiaminas con ácidos grasos superiores, por ejemplo, éster del ácido trietanolamin-palmitico, o amidas parciales de poliaminas con ácidos grasos, por ejemplo, tri-

20.

etilentetramina monoacilada con ácido palmítico. De las aminas de la serie aromática entran en consideración, ante todo, aminas de la serie de los bencenos y de la serie de las naptalinas, con cadenas laterales de alquilo, con por ejemplo 8 - 18 átomos de carbono. De la serie alicíclica se emplean, preferentemente, aminas resinosas tales como abietilamina,

25.

abietilmetilamina, la mezcla amínica que corresponde al aceite tálico, la cual contiene, además de alquilaminas superiores, también aminas resinosas, o bien a abietilamina hidrogenada, pero también puede servir como material de partida, amidinas tales como amidina del ácido láurico o del ácido esteárico.

30.

Productos apropiados para las finalidades del presen-



209227

- te invento, son los que pueden obtenerse por reacción de 1 mol de una amina con, por lo menos 4 moles, vg. 4 - 50 moles de un óxido de alquileo, por ejemplo, el producto de transposición de 1 mol de dodecilamina con aproximadamente 6 moles de óxido de etileno, además, los de 1 mol de estearilamina con 8 o 16 moles de óxido de etileno, los de 1 mol de oleilamina con 6, 8 o 16 moles de óxido de etileno, además, el producto de condensación a base de 1 mol de éster del ácido trietanolamin-monopalmitico y 6 moles de óxido de etileno, o el de 1 mol de trietilentetramina monoacilada con ácido palmítico y 20 moles de óxido de etileno. También resultan apropiados para las finalidades del presente invento, los productos de condensación de 1 mol de amina resinosa o amina resinosa hidrogenada, con 5 moles de óxido de etileno, o los de 1 mol de una mezcla técnica, usual en el comercio, de aminas resinosas y alquilaminas superiores y 16 moles de óxido de etileno.

- La preparación de los productos de condensación se efectúa según los métodos usuales para la preparación de productos de esta clase. Puede tener lugar, por ejemplo, mediante transposición de los componentes en caliente. Convenientemente, el óxido de alquileo no es adicionado de una vez a la amina, sino paulatinamente, de modo que el mismo es añadido, o respectivamente, introducido, por ejemplo en estado gaseoso, en el aminocompuesto, a una temperatura a la cual el óxido de alquileo entra en reacción, por ejemplo, a 50 - 200° C. Eventualmente, se puede trabajar en autoclave y a presión, ventajosamente a 2-10 atmósferas efectivas. En caso necesario se pueden adicionar catalizadores a la mezcla reaccional. Como tales, entran en cuenta, preferentemente, sustancias de

209227



reacción alcalina, como sodio metálico, hidróxidos alcalinos, carbonatos alcalinos, o sales alcalinas de ácidos carboxílicos de bajo peso molecular.

- Los productos de condensación que pueden aplicarse de acuerdo con el invento, son solubles en agua y fácilmente dispersables en la misma. Eventualmente, puede incrementarse la hidrosolubilidad por introducción de grupos que la favorezcan. Así, pueden aplicarse, por ejemplo, sales de amonio cuaternarias que presentan cadenas de alquilenglicol que se derivan de óxidos de alfa,beta-alquileno y que son obtenidos, por ejemplo, por adición de medios alquilizadores a los productos de transformación de las aminas primarias, secundarias y terciarias de la clase mencionada al principio, con los óxidos de alquileno. Se cita la sal de amonio que se origina si se cuaternaria el producto de transformación de oleilamina con 6-10 moles de óxido de etileno, mediante sulfato de dimetilo.
5. Los productos de condensación que pueden aplicarse de acuerdo con el invento, son solubles en agua y fácilmente dispersables en la misma. Eventualmente, puede incrementarse la hidrosolubilidad por introducción de grupos que la favorezcan. Así, pueden aplicarse, por ejemplo, sales de amonio cuaternarias que presentan cadenas de alquilenglicol que se derivan de óxidos de alfa,beta-alquileno y que son obtenidos, por ejemplo, por adición de medios alquilizadores a los productos de transformación de las aminas primarias, secundarias y terciarias de la clase mencionada al principio, con los óxidos de alquileno. Se cita la sal de amonio que se origina si se cuaternaria el producto de transformación de oleilamina con 6-10 moles de óxido de etileno, mediante sulfato de dimetilo.
10. Los productos de condensación que pueden aplicarse de acuerdo con el invento, son solubles en agua y fácilmente dispersables en la misma. Eventualmente, puede incrementarse la hidrosolubilidad por introducción de grupos que la favorezcan. Así, pueden aplicarse, por ejemplo, sales de amonio cuaternarias que presentan cadenas de alquilenglicol que se derivan de óxidos de alfa,beta-alquileno y que son obtenidos, por ejemplo, por adición de medios alquilizadores a los productos de transformación de las aminas primarias, secundarias y terciarias de la clase mencionada al principio, con los óxidos de alquileno. Se cita la sal de amonio que se origina si se cuaternaria el producto de transformación de oleilamina con 6-10 moles de óxido de etileno, mediante sulfato de dimetilo.
15. Los productos de condensación que pueden aplicarse de acuerdo con el invento, son solubles en agua y fácilmente dispersables en la misma. Eventualmente, puede incrementarse la hidrosolubilidad por introducción de grupos que la favorezcan. Así, pueden aplicarse, por ejemplo, sales de amonio cuaternarias que presentan cadenas de alquilenglicol que se derivan de óxidos de alfa,beta-alquileno y que son obtenidos, por ejemplo, por adición de medios alquilizadores a los productos de transformación de las aminas primarias, secundarias y terciarias de la clase mencionada al principio, con los óxidos de alquileno. Se cita la sal de amonio que se origina si se cuaternaria el producto de transformación de oleilamina con 6-10 moles de óxido de etileno, mediante sulfato de dimetilo.

En lugar de los productos reaccionales de óxidos de alquileno con las aminas primarias, secundarias o terciarias de la clase mencionada al principio, pueden utilizarse, asimismo, productos que son obtenidos por introducción de cadenas de éter poliglicólico, con un número correspondiente de grupos etéreos, en las aminas.

- El material cuyas coloraciones han de ser desmontadas, o respectivamente aclaradas, puede estar teñido con cualesquiera colorantes para lana, tales como colorantes para lana ácidos, o colorantes que contienen metal. Puede estar presente en cualquier forma, por ejemplo, como hilo o tejido, pero, asimismo, en forma suelta, por ejemplo, como lana en rama. El material teñido puede estar fabricado solamente a base de las clases de fibras mencionadas al principio, pero
20. El material cuyas coloraciones han de ser desmontadas, o respectivamente aclaradas, puede estar teñido con cualesquiera colorantes para lana, tales como colorantes para lana ácidos, o colorantes que contienen metal. Puede estar presente en cualquier forma, por ejemplo, como hilo o tejido, pero, asimismo, en forma suelta, por ejemplo, como lana en rama. El material teñido puede estar fabricado solamente a base de las clases de fibras mencionadas al principio, pero
25. El material cuyas coloraciones han de ser desmontadas, o respectivamente aclaradas, puede estar teñido con cualesquiera colorantes para lana, tales como colorantes para lana ácidos, o colorantes que contienen metal. Puede estar presente en cualquier forma, por ejemplo, como hilo o tejido, pero, asimismo, en forma suelta, por ejemplo, como lana en rama. El material teñido puede estar fabricado solamente a base de las clases de fibras mencionadas al principio, pero
30. El material cuyas coloraciones han de ser desmontadas, o respectivamente aclaradas, puede estar teñido con cualesquiera colorantes para lana, tales como colorantes para lana ácidos, o colorantes que contienen metal. Puede estar presente en cualquier forma, por ejemplo, como hilo o tejido, pero, asimismo, en forma suelta, por ejemplo, como lana en rama. El material teñido puede estar fabricado solamente a base de las clases de fibras mencionadas al principio, pero

200227



tambien entran en consideración tejidos mixtos, además, tejidos mixtos a base de tales fibras conjuntamente con fibras celulósicas. Para el tratamiento de los tejidos mixtos del tipo mencionado en último lugar, los productos de condensación son aplicados, convenientemente, en solución ácida, puesto que de esta manera se desmonta, o respectivamente, se aclara preponderantemente el colorante presente en la fibra que contiene nitrógeno.

- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- El tratamiento del material teñido, con los productos de condensación descritos anteriormente, tiene lugar en baños acuosos y, preferentemente, a temperatura aumentada. La cantidad de producto de condensación que debe emplearse depende principalmente de la intensidad de la coloración que se trata de separar, o respectivamente, aclarar, y de la dificultad que ofrece el colorante con respecto a la posibilidad de su desmontado. Puede ser averiguada fácilmente, de un caso al otro, mediante un ensayo preliminar. En general basta con un pequeño porcentaje de producto de condensación referido al peso de fibra, para que se puedan lograr resultados satisfactorios. El tratamiento se puede llevar a cabo en medio ácido, neutro o alcalino, aunque de preferencia se trabaja con un baño de tratamiento que presenta reacción ácida. Con el desmontado, o respectivamente, aclarado de materiales teñidos de acuerdo con el presente procedimiento, apenas se presenta perjuicio para las fibras, lo cual tiene una gran importancia práctica. La preparación de los baños de tratamiento tiene lugar, sencillamente, por disolución de los productos de condensación en la cantidad de agua necesaria. En los casos en que han de aclararse o separarse coloraciones a base de colorantes difícilmente desmontables, se recomienda el empleo si-



209227

multaneos de un hidrosulfito, tal como hidrosulfito sódico o formosulfoxilato de cinc, en el baño de tratamiento.

En los siguientes ejemplos las partes indicadas se refieren a partes en peso y la proporción entre partes en

5. peso y partes en volumen es la misma que existe entre el kilogramo y el litro; las temperaturas están indicadas en grados Celsius.

EJEMPLO 1

10. Se trata un hilo de lana teñido con un tinte al 3 % de "Tuchehtblau B", (Schultz, Farbstofftabellen, 7ª edición, nº 552) durante una hora a 90° en un baño que contiene, referido al peso de fibra, 2-5 % del producto de condensación descrito más adelante y 4 % de ácido acético al 40 %. Después se enjuaga el hilo y se seca. En virtud de este tratamiento se logra un buen efecto de desmontado.

15. El producto de condensación empleado arriba puede prepararse como sigue:

20. 100 partes de oleilamina técnica son mezcladas con 1 parte de sodio finamente dispersado y calentadas a 140°, después de lo cual se introduce óxido de etileno a 135-140°. Tan pronto como el óxido de etileno es absorbido rápidamente, se hace descender la temperatura de reacción a 120-125°, continuando la introducción de óxido de etileno hasta la absorción de 113 partes del mismo. El producto de reacción que puede obtenerse de esta manera es práctica y claramente soluble en
25. agua.

EJEMPLO 2

Se procede como en el ejemplo 1, pero se trata lana

209227



o nylon que pueden estar teñidos con los siguientes colorantes: "Benzylbordeaux B", (Schultz, Farbstofftabellen, 7ª edición, nº 120), "Chromblauschwarz B", (Schultz, nº 1 195); "Chromecht cyanin BSS", (Schultz, nº 240); o con el compuesto de cromo que tiñe de verde, del monoazocolorante a base de 1-oxi-2-amino-5-nitrobenzol diazotado y ácido 2-aminonaftalín-6-sulfónico.

Como adición ácida a los baños de desmontado pueden emplearse, además del ácido acético, asimismo ácido sulfúrico, ácido fórmico o ácido oxálico. La concentración del ácido y del agente de desmontado dependen de la clase de colorante a tratar y del efecto de desmontado que habrá de lograrse.

EJEMPLO 3

Se procede tal como se ha descrito en el ejemplo 1, pero en lugar del producto de condensación empleado en el mismo, se utiliza uno de los productos de condensación que se describen a continuación, o mezclas de dos o varios de estos productos.

a) Se mezclan 20 partes de esterilamina técnica con 0.2 partes de sodio finamente dispersado y se calientan a 130°, después de lo cual se incorpora óxido de etileno a 120-130° hasta la absorción de 44.8 partes. El derivado de óxido de etileno que puede obtenerse de esta manera, resulta práctica y claramente soluble en agua.

b) 20 partes de una mezcla técnica usual en el comercio, a base de alquilaminas superiores y aminas resinosas, son mezcladas con 0.2 partes de sodio y calentadas a 130°, después de lo cual se introduce óxido de etileno a 120-130°, en forma finamente dispersada hasta la absorción de 44.8 par-



209227

tes. El producto que puede obtenerse de esta manera es práctica y claramente soluble en agua.

5. c) 30 partes de éster del ácido trietanolamin-monopalmitico, son mezcladas con 0.15 partes de sodio, despues de lo cual se incorpora óxido de etileno a 120-125°, en forma finamente dispersada hasta la absorción de 77 partes. El producto reaccional es claramente soluble en agua.

10. d) Se mezclan 21.4 partes de oleilamina técnica con 0.2 partes de sodio, despues de lo cual se introduce óxido de etileno a 120-125° en forma de corriente de gas finamente dispersada, hasta la absorción de 48.5 partes. El producto reacción así obtenible es práctica y claramente soluble en agua.

15. e) Se calientan 73 partes de trietilentetramina hasta 145°, despues de lo cual se les incorporan, bajo agitación, 106 partes de ácido palmítico a 145-150°, en el intervalo de 5 horas, haciendo pasar, simultaneamente, nitrógeno. A continuación se agita durante 4 horas a una temperatura de 140-145°.

20. 25 partes de la amida así obtenida, son mezcladas con 0.12 partes de sodio y calentadas a 165°, despues de lo cual se introduce óxido de etileno en forma de corriente gaseosa finamente dispersada, a 160-165° hasta la absorción de 21.2 partes. Se obtiene un producto reaccional práctica y claramente soluble en agua.

25. f) Se calientan 20 partes de dodecilamina técnica a 125°, despues de los cual se introduce óxido de etileno a 120-125°, en forma de corriente gaseosa finamente dispersada hasta la absorción de 22.4 partes. El aminoderivado así obtenido forma un aceite que resulta facilmente soluble en agua.

30. g) Se mezclan 20 partes de oleilamina técnica con



209227

0.1 partes de sodio y se calientan a 125° , despues de lo cual se incorpora óxido de etileno a $120-125^{\circ}$ hasta la absorción de 17.5 partes.

5. h) Se introducen 80 partes de óxido de etileno a $158-163^{\circ}$, en 144 partes de abietilamina hidrogenada (Rosin Amid D), en la cual están suspendidas 0.2 partes de sodio metal, en el transcurso de 2-3 horas. Al terminar la reacción aún queda presente algo de sodio que se separa mecanicamente.

10. El producto reaccional forma una masa muy viscosa de color claro, que es claramente soluble en mucha agua con adición de poco ácido.

En lugar de los productos de condensación descritos en los puntos a) - h), pueden encontrar utilización, asimismo, las sales hidrosolubles de los mismos.

15. i) Se hacen reaccionar 6-10 moles de óxido de etileno a $150-155^{\circ}$, en presencia de poco sodio metal, con 1 mol de oleilamina. Para preparar una sal cuaternaria se calienta el producto de transformación con sulfato de dimetilo, a $70-80^{\circ}$.

EJEMPLO 4

20. Se trata un tejido de semilana que está teñido con un tinte al 3 % de "Chlorantinlichtrot 7BL", (Schultz, Farbstoff tabellen, 7ª edición, nº 566), es tratado durante 1 hora en un baño a 90° , el cual contiene el 3 % del producto de condensación descrito en el ejemplo 1, y el 3 % de ácido fórmico, referidos al peso de fibra. Despues se enjuaga el tejido y
25. se seca. Por este procedimiento se desmonta preponderantemente el colorante de la porción de lana del tejido.

De modo similar pueden desmontarse, asimismo, coloraciones de los colorantes siguientes: "Direktgrün B", (Schultz



209227

nº 668); "Chlorantinlichtorange G", (Schultz, Tomo II, pag. 48); "Chlorantinlichtblau 3GLL", (Schultz, Tomo II, pag. 47), y "Benzylechtblau 3GL", Schultz, Tomo II, pag. 35).

EJEMPLO 5

5. Se trata lana deshilachada, es decir, lana obtenida por cortado de desechos de lana, y de lana vieja, usada, y que puede estar teñida con los colorantes para lana más diversos, en un baño durante 1/2 hora a la temperatura de ebullición, el cual contiene, referido al peso de fibra, 2-5 % del producto de condensación descrito en el ejemplo 1, 2 % de ácido fórmico al 85 %, y 1-2 % de formal-sulfoxilato de cinc. Después, la lana es enjuagada y secada. En virtud de este tratamiento, los colorantes son ampliamente desmontados, de manera que la lana resulta, otra vez, utilizable posteriormente.
- 10.
15. El invento, en su esencialidad, puede ser desarrollado en otras variantes que difieran en detalle de las indicadas a título de ejemplos y a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, llevarse a cabo con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo éllo comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.
- 20.

- . -

N O T A

Hecha la descripción del presente invento se hace constar que la expresada solicitud de patente se acoge a los derechos de prioridad de la demanda de patente suiza número

209227



86 621, depositada en el día 10 de Diciembre de 1952, y se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

5. 1.- Procedimiento para el desmontado, o respectivamente, aclarado de coloraciones a base de colorantes para lana, sobre fibras conteniendo nitrógeno, tales como lana, seda, fibras sintéticas de naturaleza similar, a base de caseína o de fibras de poliamida o de poliuretano, pero particularmente sobre lana, caracterizado porque se trata el material teñido con productos reaccionales de a lo menos 4 moles de un óxido de alfa,beta-alquileno con 1 mol de un compuesto orgánico que presenta, a lo menos, un grupo amino primario, o secundario básico, o un grupo amino terciario básico y, además, aún un grupo hidroxilo alcohólico, sus sales o sales de amonio cuaternarias, derivadas de los mismos.

15. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se utilizan derivados de óxido de etileno.

20. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se utilizan compuestos con a lo menos un radical alifático o alicíclico, con por lo menos 8 átomos de carbono.

25. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se utilizan derivados de óxido de etileno, de aminocompuestos de la serie alifática que contienen a lo menos un radical con 12 átomos de carbono.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se utiliza el producto de condensación de 1 mol de dodecilamina técnica y 6 moles de óxido de etileno.

30. 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4,



209227

caracterizado porque se utiliza el producto de condensación de 1 mol de oleilamina técnica con 8 moles de óxido de etileno.

5. 7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se utiliza el producto de condensación de 1 mol de tretilentetramina monoacilada del ácido palmítico y 20 moles de óxido de etileno.

10. 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se utilizan derivados de óxido de etileno de aminas resinosas.

9.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3 y 8, caracterizado porque se utiliza el producto de condensación de 1 mol de abietilamina hidrogenada y 5 moles de óxido de etileno.

15. 10.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se utilizan derivados de óxido de etileno de aminas aromáticas con cadenas laterales alifáticas.

20. 11.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque los productos de condensación son aplicados en baños ácidos, a tejidos mixtos de fibras que contienen nitrógeno y fibras celulósicas.

12.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque se hace intervenir en el baño de tratamiento una sal de hidrosulfito.

25. 13.- Procedimiento para el desmontado, o respectivamente aclarado, de coloraciones a base de colorantes para lana.

30. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de doce hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 8 de Mayo de 1953.

P. a. JUAN SEBASTIÁN MIRALLES

jpt:mo