



CAS 3-2457

344829

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

por "PROCEDIMIENTO PARA EL BLANQUEO QUIMICO Y OPTICO DE FIBRAS TEXTILES DE CELULOSA Y DE POLIAMIDA SINTETICA", a favor de la firma suiza, J.R. GEIGY A.G., residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para el blanqueo químico y el emblandecimiento óptico de celulosa o de fibras de poliamida sintética y al género textil blanqueado según este procedimiento.

5. Para producir un aspecto blanco puro, las fibras textiles amarillentas, como las fibras de celulosa o de poliamida sintética, deben blanquearse químicamente en alguna fase de la elaboración textil, si ha de lograrse

344829



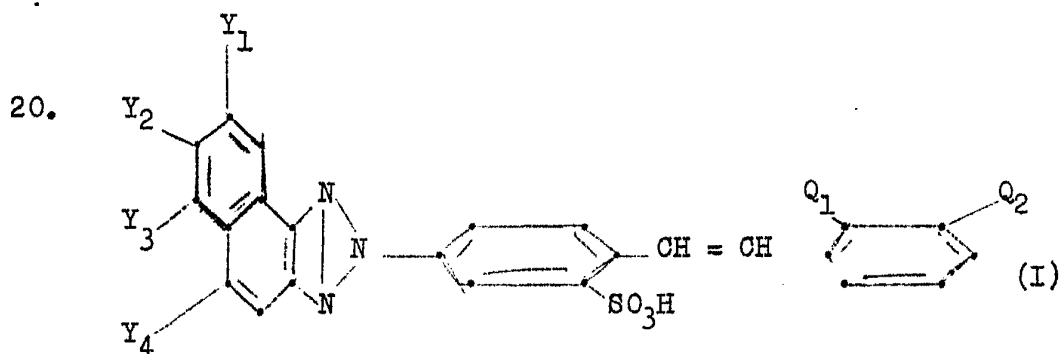
- un grado óptimo de eficacia en el emblanqueamiento óptico con los dispendiosos aclaradores ópticos. Este blanqueo químico se lleva a cabo en la industria textil con empleo de compuestos de cloro de acción oxidante. A causa de la
5. relativa estabilidad de la sustancia activa, de la menor molestia y de la acción conservadora para las fibras, se prefieren en la actualidad como baños de blanqueo las soluciones acuosas de cloritos alcalinos, que se ajustan con ácidos inorgánicos u orgánicos a un pH de 3 a 5, a las
10. soluciones de hipoclorito que antes eran de uso general. A continuación del blanqueo químico, se efectúa en baño fresco el tratamiento con emblanqueador óptico a fin a las fibras. Este procedimiento de dos baños encarece, por su morosidad, el proceso de acabado.
15. No han faltado por lo tanto intentos para efectuar el blanqueo químico y el óptico en una sola fase de trabajo. Sin embargo, tales intentos se han visto privados hasta ahora, por diversos motivos, de éxito linjero. Así, los valiosos productos de las clases de los ácidos
20. 4,4'-bis(acilamino)-estilben-2,2'-disulfónicos, de los ácidos 4,4'-bis(triacinilamino)-estilben-2,2'-disulfónicos, de los derivados 7-aminocumarínicos, de la 1,3-difenil- e 1,3,5-trifenil-pirazolinas, de las oxacianinas y otras más, no presentan la necesaria estabilidad frente a la, oxida-
25. ción. Otras clases de emblanqueadores ópticos fallan a causa de hidrosolubilidad insuficiente en los baños de



344829

blanqueo ácidos; emblanqueadores ópticos suficientemente solubles y relativamente estables frente a la oxidación, de las clases de los ácidos bis-(naftotriazolil)-estilben-poli-sulfónicos y de los ácidos 2-estilbil-(4')-naftotriazol-poli-sulfónicos, no pueden satisfacer las exigencias más modernas, a causa de su emblanqueamiento óptimo que en él se basa, lo cual vale también para la clase de los ácidos 4,7-bis-(acilamino)-dibenzotiofen-1,1-dioxi-disulfónicos, conocidos como resistentes a la oxidación. Estos emblanqueadores ópticos mencionados últimamente resultan además prohibitivos a causa de su escaso cundimiento.

Ahora se ha descubierto, con sorpresa, que se pueden blanquear química y ópticamente en baño ácido fibras textiles de celulosa y de poliamida sintética, en cualquier estado de elaboración y con empleo de sales solubles en agua del ácido cloroso, si antes del blanqueo químico, o preferentemente durante él, se aplica al material un emblanqueador óptico de la fórmula general I:





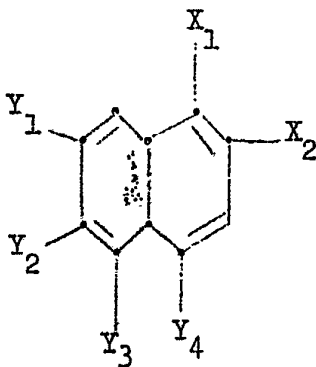
344829

En esta fórmula:

de Y_1 , Y_2 , Y_3 e Y_4 , tres de los símbolos significan hidrógeno y uno significa el grupo de ácido sulfónico; y de Q_1 y Q_2 , un símbolo significa halógeno hasta el número atómico 35 y el otro símbolo significa hidrogeno.

En una modalidad preferida de realización del invento, Y_3 significa el grupo de ácido sulfónico; en otra modalidad preferida de realización, uno de los símbolos Q_1 y Q_2 significa cloro; y en una tercera modalidad preferida de realización, Q_2 significa halógeno.

Los emblanquecedores ópticos utilizables según este invento se obtienen por copulación del compuesto diazoico de ácidos 4-amino-estilben-2-sulfónicos, oportunamente sustituidos por halógeno, con un ácido monoamino-naftalin-monosulfónico, copulante en posición orto respecto a un grupo amínico primario, de la fórmula general II



20.

(II)



344829

En esta fórmula, de

X_1 y X_2 , un símbolo significa el grupo amínico primario y el otro símbolo significa el hidrógeno reemplazable por el grupo estilbil-azoico.

5. El colorante c-aminoazoico obtenido se oxida luego por métodos ya de sí conocidos, por ejemplo por medio de oxígeno atmosférico en presencia de sales cuprotetramínicas o por medio de sales solubles del ácido hipocloroso, para convertirlo en el compuesto triazólico de la fórmula I
10. utilizable según el invento.

- Los emblanquecedores ópticos de la fórmula I se emplean de conveniencia en forma de sus sales con cationes resistentes a la oxidación; por ejemplo, en forma de las sales alcalinas, de las sales amónicas o de las sales amónicas de bases de nitrógeno fuertes.
- 15.

- El género textil se puede blanquear ópticamente con el emblanquecedor óptico como de ordinario, en presencia de sal de Glauber y (eventualmente en baño ácido) en caliente y luego blanquear químicamente en el mismo baño,
20. eventualmente después de rebajar la temperatura de éste, con adición de la cantidad necesaria de clorito alcalino en forma de solución acuosa y de ácido inorgánico u orgánico estable a la oxidación para ajustar un pH de 3 a 5 aproximadamente y con nuevo calentamiento. Los emblanquecedores ópticos utilizables según el invento puede, sin embargo,
25. añadirse también directamente, en forma de la solución

344829



- acuosa de sus sales alcalinas, al baño de blanqueo acidificado y aplicarse por calentamiento con blanqueo químico simultáneo. Por ambos métodos se obtienen efectos de blancura de un nivel tan alto como no se había alcanzado nunca hasta ahora y de agradable matiz neutro hasta rojizo. Se eligen en estos tratamientos, según el grado de amarilleo del género textil, cantidades de 2 a 10% de clorito alcalino para el blanqueo químico y cantidades, por ejemplo, de 0,005 a 0,5% de emblanqueador óptico, respecto al peso del género, para el blanqueo óptico. En calidad de ácido estable a la oxidación que se destina al ajuste del pH, se emplean, por ejemplo, el ácido oxálico, el ácido fórmico, el ácido acético, el ácido sulfúrico, el ácido fosfórico o fosfatos ácidos. Los baños de blanqueo pueden contener todavía otros agentes auxiliares; por ejemplo, humectantes o dispersantes, como sulfatos de alcohol graso, alcanolamidas de ácido graso o sulfonatos superiores de alquilbenceno, lo mismo que sales de ácidos oxidantes apropiadas para la pasivización de dispositivos de hierro, por ejemplo nitrato alcalinos o cloratos alcalinos, y sales usuales en tintorería, como la sal de Glauber.
- También es posible el empleo de los emblanqueadores ópticos apropiados en blanqueo combinado de clorito y oxígeno con índices de pH del líquido de 7 a 11 y en presencia de sales de perácidos, como perboratos o persulfatos.
- Por el procedimiento de este invento pueden blanquearse química y ópticamente en un sólo baño tanto algodón como fibras
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.



344829

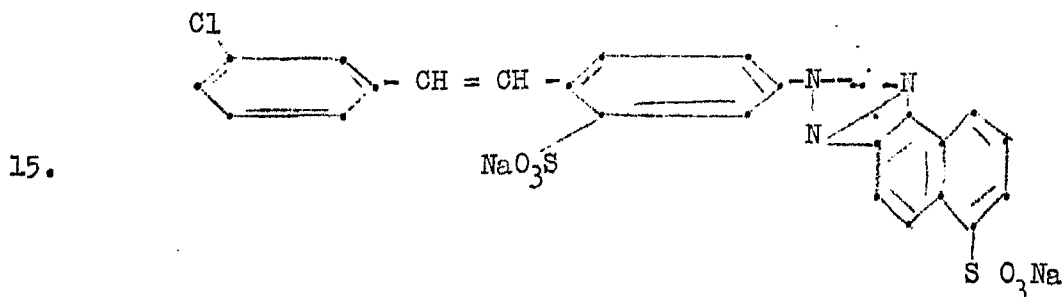
de celulosa regenerada, las diversas fibras de poliamida sintética y asimismo mezclas de estos tipos de fibras, obteniéndose excelentes tonos de blancura neutros y brillantes.

Otros detalles pueden verse en los ejemplos

5. que siguen. Estos ilustran el invento sin limitarlo. En ellos, las partes significan, en tanto no se indique expresamente otra cosa, partes en peso. Las temperaturas están señaladas en grados centígrados.

Ejemplo 1

10. En 300 cc de un baño que contiene 0,6 g de sulfato sódico $7H_2O$ y 0,003 g del aclarador de la fórmula



20. se tratan a temperatura de 40° , durante 20 minutos y con ligera remoción, 10 g de popalín de algodón. Se añade luego al baño la solución concentrada de 1 g de clorito sódico y 0,5 g de ácido oxálico se prosigue el tratamiento a tem-



344829

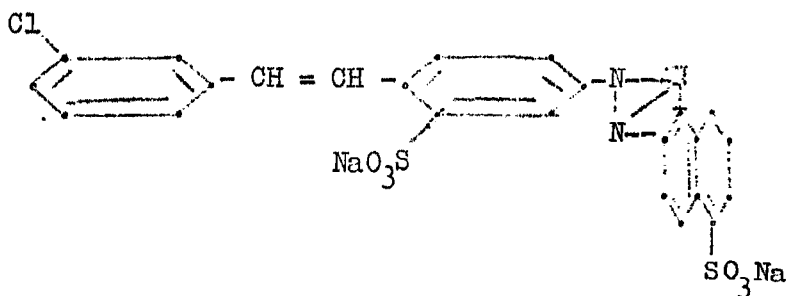
peratura de 60 a 80° durante 60 minutos todavía. Después de enjuagar y secar, el tejido así tratado presenta una brillante entonación blanca.

- Se obtienen efectos de aclaración semejantes si
5. en este ejemplo se reemplaza la sal disódica del ácido 2-(3'''-cloro-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',5'-disulfónico por una cantidad igual de la sal disódica del ácido 2-(3'''-cloro-estilbil-4'')-(nafto-1',2',4,5)-1,2,3-diazol-2'', 6'- o 2'', 7'-o 2'',4'-disulfónico.
 10. Además, pueden producirse efectos diferentes en matiz y grado de blancura si en este ejemplo se reemplaza la sal disódica del ácido 2-(3'''-cloro-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',5'-disulfónico por la misma cantidad de la sal disódica del ácido 2-(3'''-fluoro- o 3'''-bromo-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',5'-disulfónico.
 - 15.

EJEMPLO 2

- En 300 cc de un baño de blanqueo que contiene
20. 0,48 g de clorito sódico, 0,6 g de nitrato sódico, 0,6 g de ácido oxálico y 0,003 g del aclarador de la fórmula

344829



5.

se tratan a temperatura de 85° 10 g de un popelín de algodón ligeramente amarillento, con ligera remoción y durante 60 minutos. Después de este tratamiento, se enjuaga el tejido y se le seca. El tejido así tratado presenta un brillante efecto blanco rojizo.

10.

Se obtienen efectos de aclaración semejantes, algo distintos en el matiz, en este ejemplo se reemplaza la sal disódica del ácido 2-(3'''-cloro-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',5'-disulfónico por una cantidad igual de la sal disódica del ácido 2-(3'''cloro-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',4'- o -2'',6'- o -2'',7'disulfónico.

15.

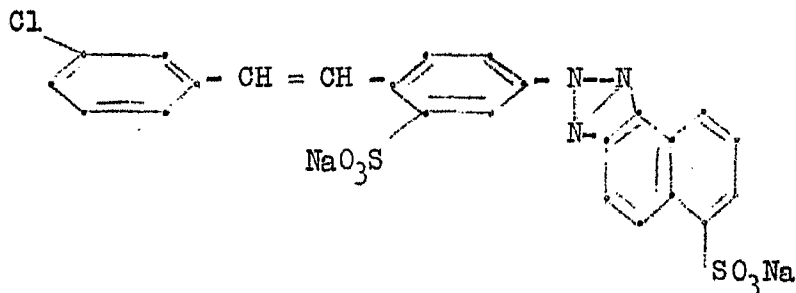
20.

EJEMPLO 3

En 300 cc de un baño que contiene 0,4 de de ácido fórmico y 0,05 g del aclarador de la fórmula



344829



5.

se introducen 10 g de un tejido de fibra cortada de nilón y se remueve éste ligeramente durante 30 minutos, a temperaturas de 90°. Luego se añade al baño, a 85°, la solución concentrada de 0,5 g de clorito sódico y 0,5 g de ácido oxálico y se prosigue el tratamiento a 85° durante 60 minutos todavía. Después de enjuagar y secar, el tejido así tratado presenta una brillante entonación blanca.

10.

Lo mismo ocurre con las entonaciones blancas

15.

que se producen en el mismo material, procediendo de igual modo que en este ejemplo, con la misma cantidad de la sal disódica del ácido 2-(3'''-cloro-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',6' - o -2''7' - o -2'', 4'disulfónico.

20.

Además, pueden obtenerse efectos diferentes en matiz e intensidad, si en este ejemplo se reemplaza la sal disódica del ácido 2-(3'''-cloro-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',5'-disulfónico por iguales cantidades de la sal disódica del ácido 2-(3'''-fluoro- o 3'''-

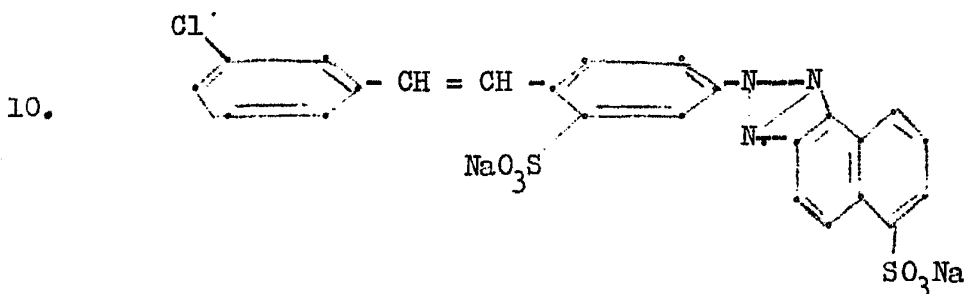


344829

bromo-estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2",5'
disulfónico.

EJEMPLO 4

5. En 300 cc de un baño de blanqueo que contiene 0,5 g de clorito sódico, 0,6 g de nitrato sódico, 0,6 g de ácido oxálico y 0,005 g del aclarador de la fórmula



15. se tratan con ligera remoción, a temperaturas de 85° y durante 60 minutos, 10 g de un tejido de fibra cortada de nilón, ligeramente amarillento. A continuación se enjuaga el tejido y se le seca. El tejido de nilón así tratado presenta un
20. brillante efecto blanco con viso rojizo.

Se obtienen efectos de aclaración semejantes, algo distintos en la matiz, si en este ejemplo se reemplaza la sal disódica del ácido 2-(3'''-cloro-estilbil-4")-(nafto-1'2':4,5)-1,2,3-triazol-2"-5'-disulfónico por una cantidad

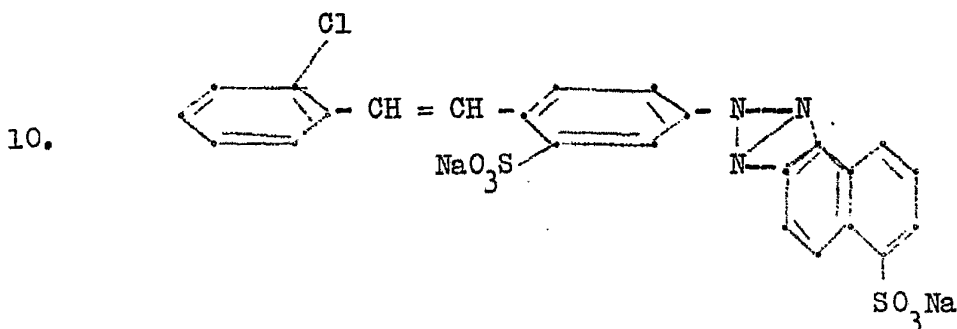


344829

igual de la sal disódica del ácido 2-(3'''-cloro-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'' - o -2'',6'- o -2'',7'-disulfónico.

EJEMPLO 5

5. En 300 cc de un baño que contiene 0,6 g de sulfato sódico $7H_2O$ y 0,003 g del aclarador de la fórmula



15. se tratan a temperatura de 40° , durante 20 minutos, 10 g de popelín de algodón. Se añade luego al baño la solución de 0,6 g de clorito sódico y 0,8 g de ácido sulfúrico al 40% y se calienta a temperatura de 80 a 85° durante 60 minutos todavía. Después de enjuagar y secar, el tejido así
20. tratado presenta una brillante entonación blanca. El efecto obtenido muestra excelentes propiedades de solidez frente a los líquidos de lavado con un contenido de cloro activo o de cloritos.



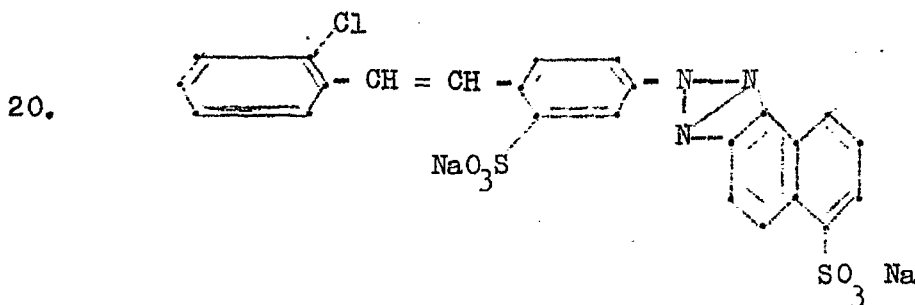
344829

- Se obtienen efectos de aclaración semejantes si en este ejemplo se reemplaza la sal disódica del ácido 2-(2'''-cloro-estibil-4''')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',5'-disulfónico por una cantidad igual de la sal disódica
5. del ácido 2-(2'''-cloro-estibil-4''')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',6'- o -2'',7'- o -2'',4'-disulfónico.

- Además, pueden obtenerse efectos diferentes en matiz y grado, de blancura si en este ejemplo se reemplaza la sal disódica del ácido 2-(2'''-cloro-estibil-4''')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',5'-disulfónico por cantidades iguales de la sal disódica del ácido 2-(2'''-fluoro o 2'''-bromo-estibil-4''')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',5'-disulfónico.
- 10.

EJEMPLO 6

15. En 300 cc de un baño de blanqueo que contiene 0,48 g de clorito sódico, 0,6 g de nitrato sódico, 0,6 g de ácido oxálico y 0,003 g del aclarador de la fórmula





344829

se tratan a temperatura de 85° y con ligera remoción 10 g de un popelin de algodón ligeramente amarillento, durante 60 minutos. Después de este tratamiento, se enjuaga el tejido y se le seca. El tejido así tratado presenta un brillante efecto de blancura con viso rojizo.

5.

Se obtienen efectos de aclaración semejantes, algo distintos en el matis, y en este ejemplo se reemplaza la sal disódica del ácido 2-(2'''-cloro-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',5'-disulfónico por una cantidad igual de la sal disódica del ácido 2-(2'''-cloro-estilbil-4'')-(nafto-1,2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',4' o 2'',5' - o -2'',7'-disulfónico.

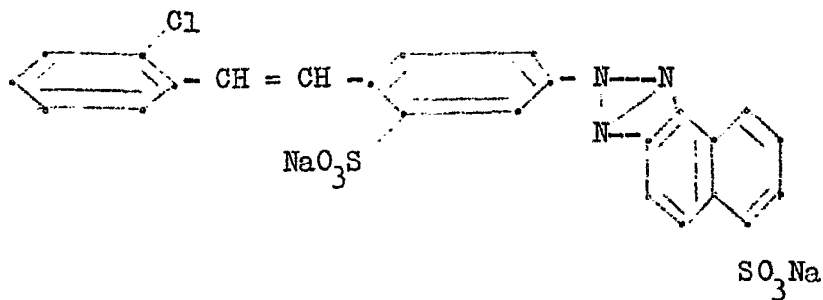
10.

EJEMPLO 7

15.

En 300 cc de un baño que contiene 0,4 cc de ácido fórmico y 0,05 g del aclarador de la fórmula

20.





344829

se introducen 10 g de un tejido de fibra cortada de nilón y se mueven ligeramente a temperatura de 90° durante 30 minutos. Se añade luego al baño, a 85°, la solución con-

5. centrada de 0,5 g de clorito sódico y 0,5 g de ácido oxálico y se prosigue el tratamiento a 85° durante 60 minutos todavía. Después de enjuagar y secar, el tejido así tratado presenta una brillante entonación blanca.

Se obtienen efectos de aclaración semejantes si en este ejemplo se reemplaza la sal disódica del ácido

10. 2-(2'''-cloro-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-diazol-2'',5'-disulfónico por una cantidad igual de la sal disódica del ácido 2-(2'''-clorocetilbil-4'')-(nafto-1'2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',6'- o -2'',7'- -2'',4'-disulfónico.

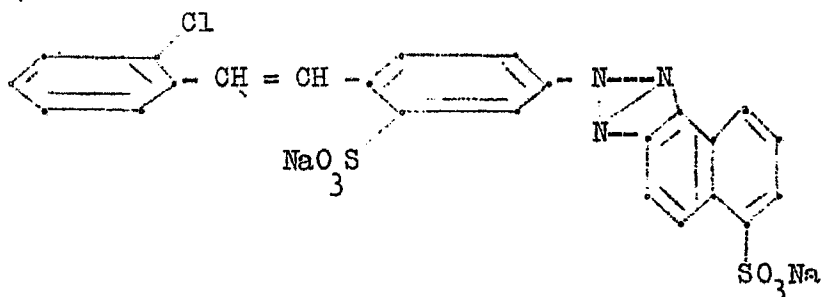
- Además, pueden obtenerse efectos diferentes
15. en matiz e intensidad, si en este ejemplo se reemplaza la sal disódica del ácido 2-(2'''-cloro-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',5'-disulfónico por cantidades iguales de la sal disódica del ácido 2-(2'''-fluoro- - 2'''-bromo-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',5'-
20. disulfónico.

EJEMPLO 8

- En 300 cc de un baño de blanqueo que contiene 0,5 g de clorito sódico, 0,6 g de nitrato sódico, 0,6 g de
25. ácido oxálico y 0,05 g del aclarador de la fórmula



344829



5.

se tratan a temperatura de 85° y con ligera remoción 10 g de un tejido de fibra cortada de nilón, ligeramente amarillento, durante 60 minutos. A continuación se enjuaga el tejido y se le seca. El tejido de nilón así tratado presenta un brillante efecto blanco con viso rojizo.

10. Se obtienen efectos de aclaración semejantes, un poco distintos en el matiz, si en este ejemplo, procediendo en lo demás de la misma manera, se reemplaza la sal disódica del ácido 2-(2'''-cloro-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',5'-disulfónico por una cantidad igual de la sal disódica del ácido 2-(2'''-cloro-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'',4'- o -2'',6'- e -2'',7'-disulfónico.

15.

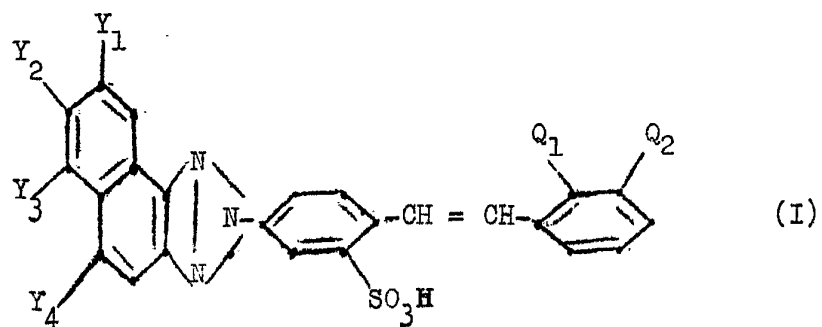


N O T A

Descrito el objeto de la invención se declaran nuevas las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 13.027/66 de fecha 8 de septiembre de 1966.

5. 1. Procedimiento para el blanqueo químico y óptico de fibras textiles de celulosa y de poliamida sintética, caracterizado por realizarse el blanqueo químico al someter al género textil a una solución de sales de ácido cloroso solubles en agua, procediendo antes o simultáneamente a su blanqueo químico por oxidación mediante un baño de un emblanqueador óptico de la fórmula general I
- 10.

15.





donde

- de Y_1 , Y_2 , Y_3 e Y_4 una Y significa el grupo de ácido sulfónico y las otras Y significan hidrógeno; y de Q_1 y Q_2 , una Q significa halógeno hasta el número atómico 35 y la otra Q significa hidrógeno.
- 5.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en los emblanquecedores ópticos de la fórmula I, uno de los símbolos Q_1 y Q_2 es cloro.

3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque en los emblanquecedores ópticos de la fórmula I, Y_3 significa el grupo de ácido sulfónico.
- 10.

4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque en los emblanquecedores ópticos de la fórmula I, Q_2 significa halógeno.

5. Procedimiento para el blanqueo químico y óptico de fibras textiles de celulosa y de poliamida sintética.
- 15.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 18 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 7 de Septiembre de 1967.


FERNANDO JOSÉ RODRÍGUEZ