

384201

PATENTE DE INVENCION

O.Z. 26 377.

384201

RECCION TECNICA	_____
CLASIFICACION I. P. C.	_____
CLASE <u>E 11</u>	_____
SUBCLASE <u>3</u>	_____



## Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento de obtención de agentes estabilizadores para baños de peróxidos alcalinos.

*Solicitante:* BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en: 6700 Ludwigshafen, República Federal Alemana.

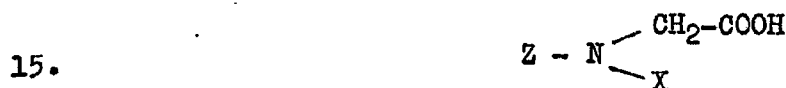
=====

5.

Ya se conoce el proteger los baños de peróxidos alcalinos, tal y como se emplean, por ejemplo, para el blanqueo de materiales fibrosos de celulosa, principalmente aquellos que contienen peróxido de hidrógeno en solución acuosa alcalina, contra una des-



composición demasiado rápida, mediante adición de estabilizadores de oxígeno. Estabilizadores de oxígeno usuales para esta finalidad son, ante todo, los silicatos alcalinos, tales como el silicato de sodio y potasio, los silicatos alcalino-térreos, tales como el silicato de magnesio, los fosfatos alcalino-térreos, tales como el fosfato de magnesio, las sales alcalinas de ácidos fosfóricos que son más pobres en agua que el ácido ortofosfónico, tales como el pirofosfato tetrasódico, el tripolifosfato sódico, el tetra-bis-heptapolifosfato sódico y las correspondientes sales potásicas y sus sales alcalino-térreas, tales como los fosfatos de magnesio, así como los ácidos aminocarboxílicos formadores de complejos, especialmente aquellos de fórmula general:



en la que Z significa un grupo de fórmula  $-CH_2-CH_2-OH$ ,  $-CH-COOH$  ó  $-(A-Y)_n$  A - N  $\begin{array}{l} \diagup CH_2 \\ \diagdown X \end{array}$  -COOH, X significa un grupo de fórmula  $-CH_2-CH_2-OH$  ó  $-CH_2-COOH$ , A significa un resto alquilo de bajo peso molecular, especialmente un resto etileno ó propileno, Y significa un átomo de oxígeno o el resto  $\begin{array}{c} -N- \\ | \\ CH_2-COOH \end{array}$  y n representa cero ó un número entero bajo, especialmente cero, 1, 2 ó 3, por ejemplo, el ácido N-β-hidroxi-etilaminodiacético, la N,N-di-(β-hidroxi-etil)-glicina, el ácido 1,3-propilendiamintetraacético, el ácido 1,2-propilendiamintetraacético, el ácido N-β-hidroxi-etilendiamintriacético, el ácido 2-hidroxi-propileno-1,3-diamintetraacético, el ácido di-(β-amino-etil)-étertetraacético, el ácido glicol-bis-(β-amino-etil)-étertetraacético, el ácido ciclohexileno-1,2-dia-

20.

25.

30.



5. mintetraacético y, en especial, el ácido nitrilotriacético, el ácido etilendiamintetraacético y el ácido dietilentríaminpentaacético y finalmente las sales alcalinas y alcalino-térreas, especialmente las sales de magnesio de tales ácidos aminocarboxílicos formadores de complejos.

10. Al emplear tales baños de peróxidos sobre material fibroso de celulosa si bien se pueden lograr efectos blanqueadores satisfactorios, sin embargo, el material blanqueado tiene un tacto demasiado duro. Si se intenta tratar el producto durante el blanqueo o después con un reblandecedor usual se presentan nuevas dificultades.

15. Los reblandecedores no ionógenos empeoran por lo general la hidrofiliidad del material fibroso y esto más cuanto mayor sea su efecto reblandecedor, los reblandecedores cation-activos no son, a su vez, compatibles con los blanqueadores ópticos (en la mayoría de los casos anion-activos) empleados para la mercancía blanca, ó bien reducen su efecto blanqueador, de manera que no entran en consideración para un proceso de trabajo en un solo baño.

20. La invención tenía por cometido desarrollar un agente estabilizador para baños de peróxidos alcalinos que no solo proteja estos baños contra una descomposición demasiado rápida, sino que además le imprima al material blanqueado con estos baños un tacto suave y simultáneamente una buena re-humectabilidad.

25. Este cometido se soluciona según la presente invención por un agente estabilizador que contiene como mínimo un estabilizador de oxígeno usual y que se caracteriza por contener adicionalmente, a) como mínimo un producto de reacción de una alquilolamida de un ácido graso de cade  
30.



na larga con 2 a 4 veces la cantidad molar de óxido etilénico, y b) como mínimo un producto de reacción de un octil-ó nonilfenol con 8 a 15 veces la cantidad molar de óxido etilénico, siendo la proporción molar entre a) y b) de 1:0,6 a 1:1,5.

5.

Como estabilizadores de oxígeno usuales, que están contenidos en los nuevos agentes, entran en consideración, por ejemplo, los compuestos mencionados al principio. Los nuevos agentes pueden contener uno ó también varios de tales estabilizadores de oxígeno y ésto generalmente en cantidades de un 3 hasta un 20 % en peso, referido a la suma de todas las sustancias activas existentes. Se han acreditado especialmente las mezclas de distintos estabilizadores de oxígeno, ya que frecuentemente tienen un mejor efecto que los componentes individuales en cantidades correspondientes.

10.

15.

Los componentes a) contenidos además en los nuevos agentes son conocidos como reblandecedores de textiles. Los cuerpos básicos de estos componentes son los productos de condensación de alquilolaminas, especialmente de monoalquilolaminas que contienen preferentemente 2 a 5 átomos de carbono por cada resto alquilólico y ácidos grados de cadena larga, preferentemente aquellos con 16 a 18 átomos de carbono. Como ejemplos sean mencionados los productos de condensación de monoetanolamina, monopropanolamina ó monobutanolamina, por una parte, y ácido palmítico, oléico ó esteárico por otra parte. Se dá especial preferencia a la amida de monoetanolamina y ácido esteárico. Estos cuerpos básicos forman, reaccionados con 2 - 4 veces la cantidad molar de óxido etilénico, el componente a).

20.

25.

30.



De los componentes b) se han acreditado los productos de reacción de nonilfenol con 9 a 12 veces la cantidad molar de óxido etilénico.

5. Para lograr las nuevas propiedades de los agentes de la presente invención es importante mantener las proporciones molares arriba indicadas entre a) y b), mostrando los agentes preferentes de la presente invención una proporción molar entre a) y b) de 1:0,8 hasta 1:1,2.

10. La suma de los componentes a) y b) asciende preferentemente a un 80 hasta 97 % en peso, referido a la suma de todas las sustancias activas existentes en los agentes de la presente invención.

15. Además de los componentes arriba mencionados, los agentes de la presente invención pueden contener otros aditivos en cantidades subordinarias, por ejemplo, en cantidades de hasta un 5 % en peso, referido a la suma de todas las sustancias activas. Tales aditivos pueden ser, por ejemplo, productos para ajustar al pH, agentes espesadores, portadores de suciedad ó desespumantes.

20. Los agentes de la presente invención pueden presentarse como mezclas libres de agua. Más ventajosas en su manipulación son sin embargo los preparados acuosos, recomendándose especialmente contenidos en agua de un 10 hasta un 45 % en peso, referido a las mezclas totales, para obtener simultáneamente productos que se puedan almacenar bien.

25. Un agente según la presente invención, que se ha acreditado especialmente, se compone de:

30. 20 - 35 partes en peso del producto de reacción de estearinmonoetanolamida con el doble de la can-



tividad molar de óxido etilénico,

30 - 50 partes en peso de nonilfenoldecaetilenglicoléter

0 - 5 partes en peso de sal disódica de magnesio del ácido etilendiamintetraacético

5. 5 - 0 partes en peso de silicato sódico

y la cantidad de agua que falta para completar las 100 partes en peso.

En el blanqueo de peróxido en flota larga (1:10 hasta 1:40), los agentes de la presente invención se emplean en una cantidad de 0,5 a 3 g/l, referido a la sustancia activa libre de agua. Al introducir la mercancía en la flota, estas mezclas tienen además la ventaja de que ya no es necesario emplear simultáneamente humectadores especiales ó detergentes. Una receta de blanqueo usual, que también es muy adecuada para la mercancía tricotada en crudo, se indica más abajo.

10.

15.

En los procesos de impregnación por permanencia semi- ó totalmente continua, la concentración en peróxido de hidrógeno es de unas 10 a 20 veces superior que al blanquear en flota larga. Por otra parte, la flota absorbida asciende por lo general solo a un 100 % del peso de la mercancía. En tales flotas de impregnación se emplean de 5 a 20 g/l de los agentes de la presente invención. Para trabajar en flota corta se ha acreditado especialmente emplear aquellos agentes de la presente invención cuyo contenido en estabilizador de oxígeno se encuentra cerca del límite superior de la zona arriba mencionada.

20.

25.

El material de fibras de celulosa que ha sido blanqueado empleando simultáneamente un agente según la presente invención con un peróxido en flota alcalina tiene

30.



un tacto agradablemente blando y además se puede humectar de nuevo en forma excelente, y esto también después de enjuagar varias veces.

EJEMPLO

5. Un agente estabilizador según la presente invención tenía la siguiente composición:

3 % de silicato sódico (36 a 38<sup>o</sup>Bé)

14 % de una solución acuosa al 20% de la sal disódica del magnesio del ácido etilendiaminotetraacético.

10. 28 % del producto de reacción de 1 mol de estarinmonoetanolamida y 2 moles de óxido etilénico

45 % uno de los nonilfenolpoliglicoléteres A,B ó C más abajo indicados.

10 % de agua

15.

100 %

A: Producto de reacción de 1 mol de nonilfenol con 7 moles de óxido etilénico.

B: idem con 10 moles de óxido etilénico

20. C: idem con 14 moles de óxido etilénico

Con la siguiente receta de blanqueo:

3 ml/l de peróxido de hidrógeno

0,5 g/l de sosa cáustica

2 g/l de agente estabilizador

25. se efectuaron en mercancía tricotada cruda ensayos de blanqueo en una tina devanadora en una proporción de flota de 1:40. Se introdujo la mercancía a 40<sup>o</sup>C, se calentó en 30 minutos hasta 90<sup>o</sup> y se dejó durante 60 minutos a 90<sup>o</sup>C.

30. Después se enjuagó una vez a 70<sup>o</sup>C y dos veces en frío y la mercancía se centrifugó y se secó. Se empleó tanto agua



dura (15º dureza alemana) como también agua blanda (agua de condensación).

5. En la tabla dada a continuación se indican los grados de blancura y la re-humectabilidad logrados durante el blanqueo. Los grados de blancura se midieron con Elrepho de Zeis (Filtro R 46 T). El grado de blancura inicial de la mercancía tricotada empleada era de un 60,7 %.

10. Para determinar la re-humectabilidad de la mercancía tricotada blanqueada se cortaron de ella tiras de 3 cm de anchura y 10 cm de longitud; éstas se acondicionaron almacenándolas durante 24 horas en un clima normalizado (200 ± 2ºC, 65 ± 2 % de humedad relativa del aire). Para comprobar la re-humectabilidad se sumergieron

15. las tiras así preparadas durante 10 segundos en 5 mm de profundidad en una solución al 0,5 % del colorante Cl Acid Red 108 (1956), constitución nº 18 000. A continuación se colgaron las tiras de una cuerda y se secaron al aire. La altura de absorción es una medida para la re-humectabilidad.

20. lidad.

Agente estabilizador con polialcoléter	Grado de blancura		Altura de absorción	
	Agua dura	/ blanda	Agua dura	/ blanda
A	78,3	83,8	4	12
B	84,9	86,7	50	50
25. C	83,7	85,0	30	40
<hr/>				
Blanqueo normal	82,1	82,4	0	0

30. Como se puede apreciar por la tabla, los efectos de blanqueo logrados con las mezclas según la presente in-

384201 2



- 9 -

- vención son considerablemente superiores que en los blanqueos generalmente usuales que en lugar de 2 g/l de mezcla de estabilizador emplean 1 cc/l de silicato de sodio (36 a 38<sup>o</sup>Bé), 1 cc/l de una solución al 20% de sal disódica de magnesio del ácido etilendiamintetraacético y como humectador 0,2 g/l de nonilfenoldecaglicoléter. A pesar de emplear simultaneamente este poliglicoléter no se logró ningún efecto de re-humectación en la mercancia tricotada blanqueada según el procedimiento normal.

N O T A

10. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde
15. a una solicitud de patente presentada en Alemania con el No. P 19 49 744.0 de 2 de octubre de 1969, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor; siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: Procedimiento de obtención de agentes estabilizadores para baños de peróxidos alcalinos; caracterizándose por lo siguiente:
20. 1.- Procedimiento de obtención de agentes estabilizadores para baños de peróxidos alcalinos, caracterizado porque comprende mezclar, con al menos un estabilizador de oxígeno usual, a) como mínimo un producto de reacción de una alquilolamina de un ácido graso de cadena larga con 2 a 4 veces la cantidad molar de óxido etilénico y b) como mínimo un producto de reacción de un octil- ó nonilfenol con 8 a 15 veces la cantidad molar de óxi
25. do etilénico, siendo la proporción molar entre a) y b) de 1:0,6 a 1:1,5.
- 30.

2 OCT 1970



2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el componente a), se deriva de un ácido graso con 16 a 18 átomos de carbono.

5. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el componente b), es un producto de reacción de nonilfenol con 9 a 12 veces la cantidad molar de óxido etilénico.

10. 4.- Procedimiento de obtención de agentes estabilizadores para baños de peróxidos alcalinos; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

2 OCT. 1970

Madrid,

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT.

A. GÓMEZ ACEBO Y MODET  
P. P. Firmado: A. GARCIA BRAVO