

385529

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

por "PROCEDIMIENTO PARA EL ACLARADO OPTICO DE MATERIAL FIBROSO ORGANICO", a favor de la firma suiza J.R. GEIGY A.G., residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. La presente invención se refiere a un procedimiento para el aclarado óptico no acuoso de material fibroso orgánico, en especial material fibroso de celulosa o de poliamida sintética, en una mezcla de disolventes, así como al material fibroso aclarado según este procedimiento.

10. Se ha encontrado, que sobre material fibroso orgánico, sobre todo sobre fibras de celulosa y fibras de poliamida sintética se puede obtener sin termotratamiento subsiguiente, como vaporizado o termofijación, efectos de blanqueamiento o bien de aclarado característico, si el material fibroso se trata en la solución de por lo menos una sal de aclarador óptico, que consta del radical aniónico de un aclarador

385529



5. óptico aniónico y por lo menos un compuesto de nitrógeno orgánico, que muestra por lo menos un átomo de nitrógeno apto para la formación de sal, en una mezcla de disolventes, que consta de 50 a 99% en peso de hidrocarburo insustituido o de preferencia halogenado que hierve entre 50 150°C y de 50 a 1% en peso de un disolvente orgánico líquido, soluble en agua, que hierve por debajo de 220°C, a una temperatura entre la temperatura ambiente y el punto de ebullición de la mezcla de disolventes, de preferencia a una temperatura
10. entre 30 y 60°C y el material fibroso aclarado se acaba en forma usual.

15. El átomo de nitrógeno apto para la formación de sal, de los compuestos de nitrógeno orgánico utilizables según la invención puede presentarse en forma de un grupo amino primario, secundario, terciario o cuaternario. Como compuestos especialmente apropiados se citan por ejemplo:

20. 1. Aminas alifáticas substituidas o insubstituidas, en especial alquilaminas como butilamina, hexilamina, octilamina, decilamina, dodecilamina, tetradecilamina, octadecilamina, dietilamina, dibutilamina, dioctilamina, didodecilamina, N-metil-N-dodecilamina, N-etil-N-octadecilamina, trietilamina, tributilamina, N,N-dimetil-N-dodecilamina, N,N-dimetil-N-octadecilamina, beta-hidroxi-etilamina, gamma-hidroxi-propilamina, N-beta-hidroxi-etil-N-dodecilamina, gamma-metoxi-propilamina, N-gamma-metoxi-propil-N-dodecilamina, N-beta-hidroxi-etil-N-octadecilamina, hidróxido de N,N-dimetil-N-bencil-dodecilamonio, hidróxido de N,N,N-trimetil-octadecilamonio e hidróxido de trimetil-dodecil-amonio.

25. 2. Diaminas y trialquilaminas alifáticas, substituí-

385529



5. das o insubstituídas, como 1,2-etilendiamina, 1,3-propilendiamina, dietilentriamina, 1,1-bis-metil-propilendiamina, 1,1-bis-dodecil-propilendiamina, 1,1-bis-ciclohexil-propilendiamina, 1,1-bis-bencil-propilendiamina, N,N'-bis-fenil-etilendiamina, N,N,N',N'-tetrapropil-propilendiamina, N,N,N',N'-tetrabencil-propilendiamina, N,N,N',N'-tetra-beta-hidroxi-etil-propilendiamina, 1-dodecil-etilendiamina, 1-octadecil-etilendiamina y 1-octadecil-dietilentriamina.

10. 3. Cicloalquilaminas substituídas o insubstituídas, como ciclohexilamina, N-metilciclohexilamina, N-octilciclohexilamina, N-beta-hidroxi-etilciclohexilamina, N-metil-N-beta-hidroxi-etil-ciclohexilamina-diciclohexilamina, dihidroa-bietilamina e hidróxido de trimetil-ciclohexil-amonio.

15. 4. Aralquilaminas substituídas o insubstituídas, como bencilamina, beta-feniletilamina, N-beta-hidroxi-etilbencilamina, N-gamma-metoxipropilbencilamina, N-beta-ciano-etilbencilamina, N-metil-N-gamma-metoxipropilbencilamina, N-octilbencilamina, N-octadecilbencilamina y dibencilamina.

20. 5. Aminas aromáticas substituídas e insubstituídas, en especial aminas aromáticas mononucleares como anilina, N-metilanilina, N,N-dimetilanilina, N,N-dibutilanilina, N-beta-hidroxi-etil-N-metilanilina o toluidina.

25. 6. Amidinas insubstituídas o substituídas, de preferencia alquilamidinas, como acetamidina, benzamidina, laurilamidina, estearilamidina, así como N-metil-laurilamidina, N-butil-laurilamidina, N-fenil-laurilamidina, N-bencil-laurilamidina, N-metil-estearilamidina, N-bencil-estearilamidina o N-ciclohexil-estearilamidina.

7. Isotiureas substituídas, de preferencia S-alquil-

385529



-isotioureas, como S-bencil-isotiourea, S-metil, S-butil, S-hexil-, S-octil-, S-undecil-, S-dodecil- y S-octadecil-isotiourea.

5. 8. Guanidinas, en especial alquilguanidinas, como fenilguanidina, bencilguanidina, dodecilguanidina y octadecilguanidina.

9. Hidracinas, como fenilhidracina o undecilhidracina.

10. 10. Heterociclos conteniendo nitrógeno de 5 o 6 miembros, que pueden estar saturados parcial o totalmente.

15. Como heterociclos conteniendo nitrógeno, de 5 miembros, pueden entrar en consideración por ejemplo: pirroles, como metilpirrol y bencilpirrol; pirrolinas, como metilpirrolina o bencilpirrolina; además pirrolidinas, como metilpirrolidina, butilpirrolidina o dodecilpirrolidina; pirazoles; pirazolininas, como N-metilpirazolinina; pirazolidinas, en especial 2-alquil-imidazolininas insubstituidas y substituidas, como 2-heptil-imidazolinina, 2-undecilimidazolinina, 2-heptadecilimidazolinina, 1-metil-2-undecilimidazolinina, 1-beta-hidroxi-2-undecilimidazolinina, 1-beta-hidroxi-2-heptadecilimidazolinina, 2-aminoetil-1-heptadecilimidazolinina, 3,5-diamino-1,2,4-triazol y 3,5-diamino-1,2,4-feniltriazol.

20. Como heterociclos conteniendo nitrógeno de 6 miembros, pueden entrar en consideración por ejemplo: piperidina y sus derivados, en especial N-alquil- o N-aralquil-piperidinas, como N-metil-piperidina, N-dodecil-piperidina y N-bencil-piperidina; piperacinas, como N-octadecil-piperacina; morfolina y sobre todo sus derivados N-alquílicos y N-aralquílicos, como N-butilmorfolina, N-octadecilmorfolina o N-

385529



-bencilmorfolina; quinuclidina, piridina, hidróxido de N-metil-piridinio e hidróxido de octadeciloximetilen-piridinio; pirimidias, como dihidro y sobre todo tetrahidropirimidinas, de preferencia 2-alkuiltetrahidropirimidinas, como 2-heptil-
5. -tetrahidropirimidina, 2-undecil-tetrahidropirimidina, 2-heptadecil-tetrahidropirimidina, 1-metil-2-undecil-tetrahidropirimidina o 1-beta-hidroxietil-2-heptadecil-tetrahidropirimidina; 2-amino-1-octadecil-tetrahidropirimidina; 1,3,5-triacinas, sobre todo derivados de la 2,4,6-triamino-1,3,5-triacina, como 2-dodecilamina-4,6-bis-amino-1,3,5-triacina o
10. 2-octadecilamino-4,6-bis-amino-1,3,5-triacina, 2-heptadecil-4,6-bis-amino-1,3,5-triacina; o derivados hexahidro-1,3,5-triacínicos.

11. Heterociclos conteniendo nitrógeno, condensados,
15. como indolinas e indoles.

Son ventajosas las alquilaminas con un radical alquílico que muestra de preferencia de 12 a 18 átomos de carbono, en especial dodecilamina y octadecilamina; alquilguanidinas con de preferencia de 12 a 18 átomos de carbono en el radical alquílico, como dodecilguanidina u octadecilguanidina; S-bencil-isotiourea o S-alkuil-isotioureas con de preferencia de 11 a 13 átomos de carbono en el radical alquílico, como S-undecil-, S-dodecil- y S-octadecil-isotiourea; y en especial 2-alkuilimidazolinias y 2-alkuiltetrahidropirimidinas con de
20. preferencia de 11 a 18 átomos de carbono en el radical alquílico, como 2-undecil- y 2-heptadecil-imidazolina, 2-undecil- así como 2-heptadecil-tetrahidropirimidina y sus derivados 1-alkuίlicos.

De preferencia se utiliza sales de un aclarador

385529



- óptico conteniendo grupos de ácido carboxílico o en especial de ácido sulfónico con un compuesto de nitrógeno orgánico según la definición. Los aclaradores ópticos aniónicos pueden pertenecer a clases diferentes. Se obtiene en especial un efecto de aclarado brillante con compuestos, que se derivan de las clases de los estilbenos y de las pirazolinas. En estas clases pueden entrar en consideración de preferencia los derivados de los ácidos diarilbifenildisulfónicos, de los ácidos 4,4'-bis-triacinilamino-estilbensulfónicos, de los ácidos estilbil-naftotriazolcarboxílicos o sulfónicos, de los ácidos 4,4'-bis-v-triazolil-estilbensulfónicos o los derivados diarilpirazolínicos y triarilpirazolínicos conteniendo grupos de ácido carboxílico o de ácido sulfónico. Como otros aclaradores apropiados se citan los dióxidos dibenzotiofénicos conteniendo grupos de ácido sulfónico.
- 5.
- 10.
- 15.

- Hidrocarburos apropiados que hierven entre 50 y 150° C, son por ejemplo los hidrocarburos aromáticos, como tolueno o xileno. Sin embargo se utiliza de preferencia hidrocarburos halogenados, en especial clorados, por ejemplo clorobenceno, pero sobre todo, hidrocarburos halogenados alifáticos inferiores a causa de su en general incombustibilidad y regenerabilidad más fácil, a saber cloro-, bromo-, fluor- o fluor-cloro-hidrocarburos, por ejemplo tricloroetileno o tetracloroetileno ("percloroetileno"), 1,1,2-trifluor-1,2,2-tricloro-etano, dicloroetano, 1,1,1-tricloroetano, tetracloroetano, pentafluoroetano, dibromoetileno, tribromoetileno, cloroformo o tetracloruro de carbono. Asimismo se puede utilizar mezclas de tales disolventes.
- 20.
- 25.

Bajo "disolventes orgánicos, líquidos, solubles en

385529



- agua, que hierven por debajo de 220°C son de comprender disolventes termoestables, que no son solubles en agua en fracciones de porcentajes, sino solamente algunos porcentajes. Como ejemplos pueden entrar en consideración alcanoles superiores, como butanoles o alcoholes amílicos, alcoholes cicloalifáticos, como ciclohexanol, alcoholes aralifáticos, como alcohol bencílico, o cetonas alifáticas o cicloalifáticas, como acetona o metiletilcetona o bien ciclohexanona.
5. Sin embargo son ventajosas aquellos disolventes según la definición, que son miscibles con agua en cualquier proporción.
10. Son por ejemplo: alcoholes alifáticos inferiores monovalentes como alcanoles inferiores, por ejemplo metanol, etanol, n- o iso-propanol; éter monoalquílico de alquilenglicol, como éter monometílico o monoetílico de etilenglicol; luego también alcohol furfurílico o tetrahidrofurfurílico; éteres cíclicos inferiores, como dioxano; ácidos monocarboxílicos inferiores exentos de agua, como ácido fórmico o ácido propiónico exentos de agua y sobre todo ácido acético glacial;
15. N,N-dialquilamidas de ácidos monocarboxílicos inferiores, como dimetilformamida o dimetilacetamida, amidas de los ácidos carbónicos, como N,N,N',N'-tetrametilurea, amidas cíclicas, como N-metil-pirrolidona, o nitrilos de ácidos carboxílicos inferiores, como acetonitrilo, así como también mezclas de tales disolventes orgánicos líquidos solubles en agua.
20. La composición de la mezcla de disolventes se acomoda según la solubilidad de la sal de aclarador a utilizar. Se debe acomodar de forma que se presente una solución de aclarador homogénea y clara.
- 25.

Además debe considerarse la elección de la mezcla

385529



de disolventes de forma que en el efecto de blancura óptima no se verifique en lo más posible ningún perjuicio en la fibra.

- Mezclas de disolventes ventajosas constan de 80 a 99% en peso de hidrocarburos alifáticos, halogenados, que hierven entre 50 y 150°C y de 20 a 1% en peso de disolventes orgánicos líquidos, solubles en agua, que hierven por debajo de 220°C, pero en especial de 90 a 99% en peso de tricloroetileno, tetracloroetileno, tricloroetano o trifluor
5. tricloroetano y de 10 a 1% en peso de un alcohol inferior, como metanol o etanol, o de una N,N-dialquilamida de un ácido monocarboxílico inferior, como dimetilformamida o dimetilacetamida.
- 10.

- La preparación de las sales de aclarador óptico del aclarador óptico aniónico y del compuesto de nitrógeno orgánico, que muestra por lo menos un átomo de nitrógeno apto para la formación de sal, puede efectuarse en forma de por sí conocida, por ejemplo mediante reacción doble, ventajosamente en caliente, de la sal de metal alcalino o de amonio,
15. en especial de la sal de sodio del aclarador óptico, con una sal de un compuesto de nitrógeno orgánico utilizable según la invención con un ácido fuerte, por ejemplo ácido nítrico, o directamente mediante neutralización del aclarador óptico aniónico en forma de sus sales libres con los compuestos de
20. nitrógeno orgánico. Tanto la reacción doble como también la neutralización pueden realizarse in situ, es decir en un disolvente o bien en una mezcla de disolventes según la invención. En este último caso es ventajoso, si el baño de tratamiento acabado contiene todavía componentes insolubles, cla-
- 25.

385529



rificar, de las mezclas insolubles, al baño antes de la introducción del material fibroso a aclarar, por ejemplo mediante filtración.

5. Si se utilizan aclaradores ópticos aniónicos, que pueden formar aniones cargados negativamente dos o varias veces, no es necesario en muchos casos que estas cargas se compensen totalmente mediante el compuesto de nitrógeno orgánico.

10. Ventajosamente se disuelven previamente las sales de aclarador o bien los aclaradores ópticos y el compuesto de nitrógeno orgánico en dosis escasas de un disolvente orgánico según la definición, como metanol, N-metil-pirrolidona o dimetilformamida, después de lo cual la solución obtenida se purifica con la mezcla de disolvente restante.

15. En forma conveniente, el material fibroso orgánico se trata en el baño de aclarador según la definición durante desde 5 minutos a 2 horas, sobre todo desde 15 a 45 minutos, según el procedimiento de extracción en una proporción de baño de 1:5 a 1:300, en especial de 1:10 a 1:50 (calculado sobre partes en peso) y el material fibroso aclarado se acaba a continuación en forma usual mediante exprimido o centrifugado y similares, así como secado, por ejemplo en aire caliente.

20. El baño de aclarador a utilizar según la invención contiene de preferencia, según la clase del aclarador óptico, de 0,01 a 2% en peso, en especial de 0,1 a 0,5% en peso de aclarador óptico, calculado sobre el peso seco del material fibroso a aclarar.

Como material fibroso orgánico, que puede aclararse

385529



- según el procedimiento de acuerdo con la invención, pueden entrar en consideración entre otros, ésteres de celulosa, como 2 1/2, tri-acetato de celulosa, además ésteres de alto peso molecular de ácidos policarboxílicos aromáticos con
5. alcoholes polifuncionales, por ejemplo el tereftalato de polietilenglicol eventualmente modificado en forma ácida, poliuretano, poliamidas naturales, como lana y seda, acrilonitrilo y metacrilonitrilo polímero y copolímero, así como poliolefinas, como polietileno y polipropileno. El procedimiento según la invención es apropiado sobre todo para el
10. aclarado de fibras de celulosa, como viscosa y en especial algodón o material fibroso de poliamida sintética.

- Ejemplos de material fibroso de poliamidas sintéticas son policaprolactama (poliamida 6), polihexametilenadipinamida (poliamida 6.6), amida de ácido poliundecánico (poliamida 11), amida de ácido polidodecánico (poliamida 12) y amida de ácido polienántico (poliamida 7). Estas últimas se utilizan especialmente en forma de filamento, además también como fibras de poliamida sintética texturada, como "Banlon".
- 15.
20. El material fibroso citado puede aclararse en cualquier forma de acuerdo con la invención, por ejemplo en forma de copos, género peinado, hilo o de preferencia tejidos, géneros de punto y artículos llamados "fully-fashioned".

- Según el procedimiento de acuerdo con la invención
25. se obtiene sobre el material fibroso orgánico efectos de blanqueamiento o bien de aclarado muy homogéneos y brillantes y aclaraciones ópticas sólidas, por ejemplo sólidas al lavado en seco y al lavado.

Según el procedimiento de acuerdo con la invención

385529



5. con las sales de aclarador según la definición en disolventes orgánicos a temperaturas de por ejemplo temperatura ambiente a 60°C las aclaraciones obtenidas se caracterizan frente a las aclaraciones, que se obtienen bajo las mismas condiciones con las sales correspondientes sódicas en medio acuoso, por mejor efecto de blancura.

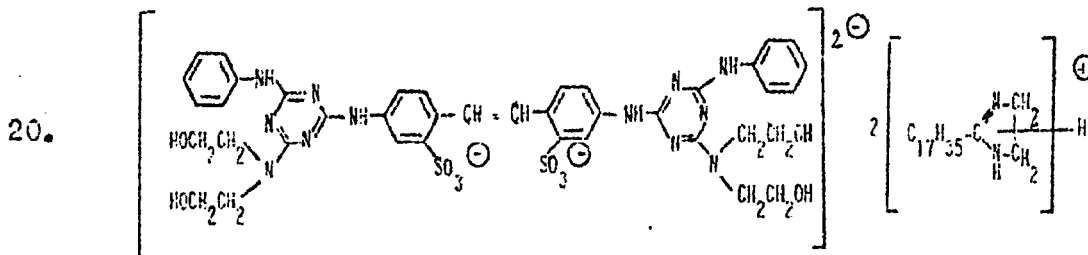
10. Los disolventes utilizados en la realización técnica del procedimiento pueden recuperarse y el proceso de aclarado se alimenta de nuevo de modo que en contraposición al procedimiento previamente conocido en medio acuoso, decae el problema de la purificación de las lavazas.

Además no se precisan baños de enjuague, lo que representa otra ventaja del procedimiento según la invención.

15. En los ejemplos siguientes, las temperaturas se indican en grados Celsius.

EJEMPLO 1

250 mg de la sal de aclarador óptico de la fórmula



25. se disuelven en 10 g de metanol. La solución obtenida se adiciona a 2000 g de una mezcla de disolventes, que consta de 97% en peso de percloroetileno y 3% en peso de metanol. A 40°C se introducen 100 g de tejido de poliamida-6 en la solución clara, fluorescente, obtenida y el material textil se

385529



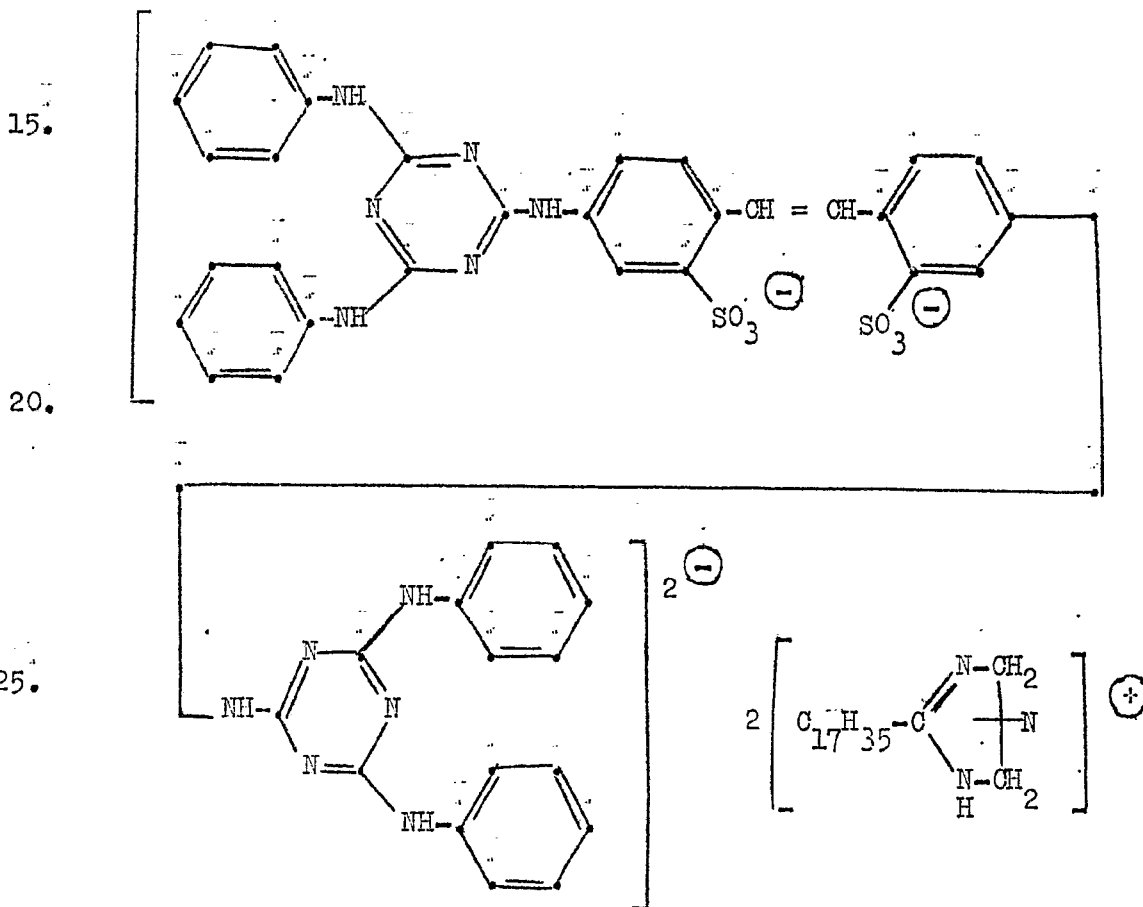
trata bajo movimiento continuado durante 30 minutos a esta temperatura. Seguidamente el tejido aclarado se exprime y se seca en aire caliente:

5. El tejido de poliamida-6 así tratado muestra un blanco homogéneo brillante.

Si se utiliza en el ejemplo anterior en por lo demás igual forma de trabajo, en lugar de tejido de poliamida-6, un tejido de poliamida-6.6, poliamida 12 o un tejido de algodón blanqueado, se obtiene asimismo sobre estos materiales un efecto de blancura brillante.

EJEMPLO 2

25 mg de la sal de aclarador óptico de la fórmula



385529

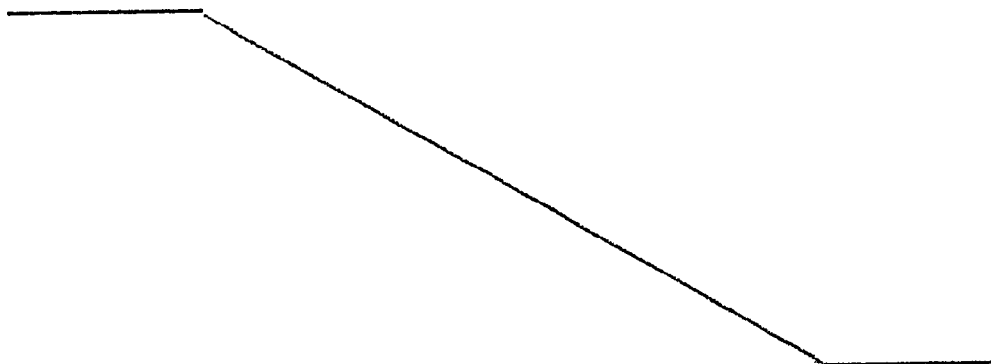


se disuelven en 0,5 g de N-metil-pirrolidina. La solución clara obtenida se adiciona a 150 g de una mezcla de disolventes, que consta de 97% en peso de percloroetileno y 3% en peso de metanol. A continuación se introducen 10 g de tejido de poliamida-6.6 en la solución calentada a 35° y el material textil se trata bajo movimiento continuado a temperatura invariable durante 30 minutos. Luego, el tejido aclarado se exprime y se seca en aire caliente.

10. El tejido así tratado muestra un efecto blanco homogéneo y brillante.

15. Si se utiliza en el ejemplo anterior en por lo demás igual forma de trabajo, en lugar de tejido de poliamida-6.6, un tejido de algodón blanqueado o un tejido de celulosa acilada incompletamente, se obtiene asimismo un efecto blanco intenso, brillante.

20. Si se utiliza en lugar de la sal de aclarador indicada en el ejemplo anterior, la misma dosis de una de las sales de aclarador relacionadas en la columna 2 de la siguiente tabla I, y se procede por lo demás a como se indica en el ejemplo, se obtiene asimismo efectos de aclarado similares sobre los materiales citados



385529



TABLA I

Ejemplo No	Sales de aclarador óptico
7	<p style="text-align: center;">4⁻</p> <p style="text-align: center;">2 [Na⁺]</p>
4	<p style="text-align: center;">id.</p> <p style="text-align: center;">2 [H⁺]</p>
5	<p style="text-align: center;">2 [H⁺]</p>
6	<p style="text-align: center;">id.</p> <p style="text-align: center;">2 [H⁺]</p>
7	<p style="text-align: center;">id.</p> <p style="text-align: center;">2 [H⁺]</p>
8	<p style="text-align: center;">2 [H⁺]</p>

385529



Tabla I (Continuación)

Ejemplo No	Sales de aclarador óptico
9	
10	<p>id.</p>
11	
12	



Tabla I (Continuación)

Ejem- plo Nº	Sales de aclarador óptico
13	<p>id.</p> $2 \left[\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{NH}_2 \right]^+ \text{H}^-$
14	<p>id.</p> $2 \left[\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{N}(\text{CH}_3)_2 \right]^+ \text{C}_6\text{H}_5^-$
15	$\left[\text{C}_6\text{H}_5 - \text{C}(\text{NH}) = \text{N} - \text{N}(\text{CH}=\text{N}) - \text{N}(\text{C}=\text{N}) - \text{C}_6\text{H}_5 \right]^+ \text{SC}_3\text{O}_3^-$
16	<p>id.</p> $2 \left[\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{N}(\text{CH}_2)_2 \right]^+ \text{H}^-$
17	$6 \left[\text{C}_5\text{H}_4\text{N}_2\text{SO}_3 \right]^+ \text{SC}_3\text{O}_3^-$

385529



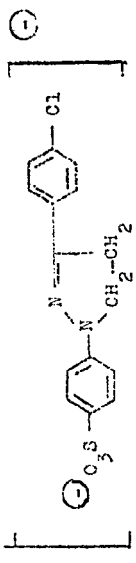
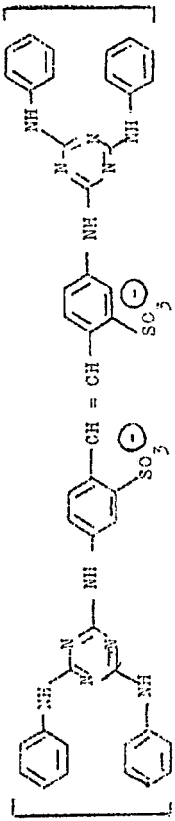
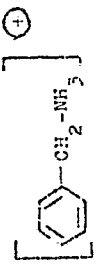
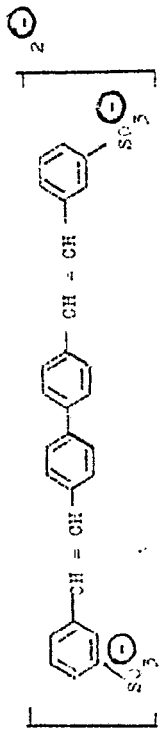
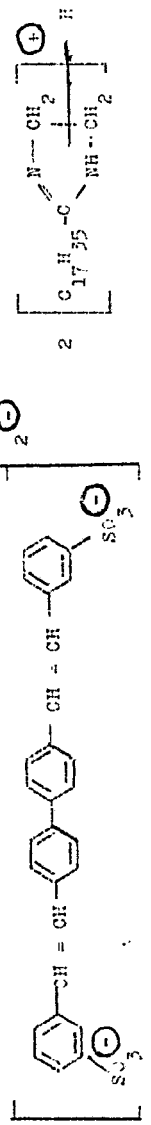
Tabla I (continuación)

Ejem- plo Nº	Sales de aclarador óptico
18	
19	<p>id.</p>
20	
21	<p>id.</p>
22	<p>id.</p>

POOR
QUALITY

385529

Tabla I (continuación)

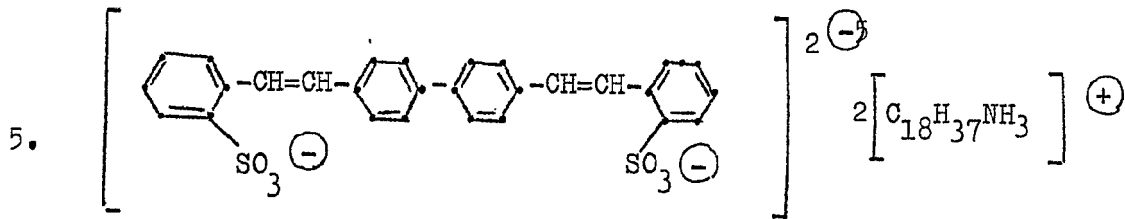
Ejempl. No	Sales de aclarador óptico
23	 $\left[\text{C}_{18}^{\text{H}}_{37} \text{NH}-\text{C}-\text{NH}_2 \right]^{\oplus}$
24	 $\left[\text{C}_{18}^{\text{H}}_{37} \text{O}-\text{CH}_2 \right]^{\oplus}$
25	<p>id.</p>  $\left[\text{C}_{12}^{\text{H}}_{25} \text{S}-\text{C} \right]^{\oplus}$
26	<p>id.</p>  $\left[\text{C}_{17}^{\text{H}}_{35} \right]^{\oplus}$
27	

385529



EJEMPLO 28

30 mg de la sal de aclarador óptico de la fórmula



10. se disuelven en 4 g de metanol. La solución clara resultante se adiciona a 200 g de una mezcla de disolventes, que consta de 97,5% en peso de percloroetileno y 2,5% en peso de metanol. A continuación se introduce a temperatura ambiente 10 g de tejido de poliamida-6 en la solución de aclarador y el tejido se trata durante 40 minutos a la misma temperatura, Por último el tejido aclarado se centrifuga y se seca en el aire.
- 15.

Se obtiene un efecto de aclarado homogéneo, muy brillante sobre el material citado.

20. Si se utiliza en el ejemplo anterior en por lo demás igual forma de trabajo, en lugar de tejido de poliamida-6, un tejido de poliamida-6.6, poliamida 11 o un tejido de algodón blanqueado, se obtiene asimismo sobre estos materiales efectos blanco homogéneo intenso.

EJEMPLO 29

25. 150 mg de la sal de aclarador descritas en el ejemplo 7, se disuelven en 2,5 g de dimetilformamida. La solución clara obtenida se adiciona a 1000 g de una mezcla de disolventes, que consta de 97% en peso de percloroetileno y 3% en peso de dimetilformamida. A continuación se introduce a 50° 50 g de un tejido de poliéster modificado en forma ácida

385529



(por ejemplo Dacron 62) en el baño de aclarador obtenido y se trata durante 25 minutos a temperatura invariable. Luego, el tejido aclarado se exprime y seca en forma usual.

5. Se obtiene un efecto blanco homogéneo, brillante sobre el material citado.

Un aclarado similar se obtiene asimismo si en el ejemplo anterior, en por lo demás igual forma de trabajo se utiliza en lugar de un tejido de poliéster modificado en forma ácida, un tejido de 21/2-acetato de celulosa.

10. EJEMPLO 30

- Se disuelven 25 mg de la sal de aclarador indicada en el ejemplo 15 en 1,5 g de N-metilpirrolidona. La solución clara obtenida se adiciona a 150 g de una mezcla de disolventes, que consta de 96% en peso de percloroetileno y 4% en peso de ácido acético glacial. Luego se introduce a 40° 10 g de tejido de punto de poliamida-6.6 en el baño y el tejido de punto se trata bajo circulación continuada del baño a temperatura constante durante 30 minutos. Luego el tejido de punto se enjuaga en percloroetileno, se exprime y se seca en aire caliente.
- 15.
- 20.

El tejido de punto así tratado muestra un efecto de aclarado brillante, muy elevado.

EJEMPLO 31

- 30 mg de la sal de aclarador óptico descrito en el ejemplo 2 se disuelven en 0,5 g de N-metilpirrolidona. La solución clara obtenida se adiciona a 150 g de una mezcla de disolventes, que consta de 94% en peso de percloroetileno y 6% en peso de etanol. A continuación se introduce a 45°, 10 g de un tejido de algodón blanqueado en el baño de aclarador
- 25.

385529

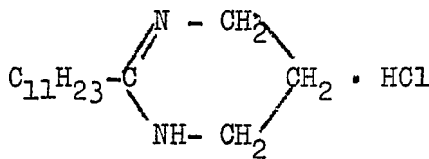


obtenido y el tejido se trata bajo circulación continuada del baño durante 30 minutos a 45°. Luego el tejido aclarado se exprime y seca en forma usual.

- 5. Se obtiene un efecto blanco brillante e intenso sobre el material citado.

EJEMPLO 32

- 10. Se disuelven 300 mg de la sal sódica del aclarado óptico de la fórmula indicada en el ejemplo 1 en 50 g de metanol. Se disuelven por separado 150 mg de un compuesto de la fórmula



- 15. en 25 g de metanol. Se juntan ambas soluciones, a continuación se agita a fondo y a continuación se deslíe con 2000 g de percloroetileno. Mediante filtración de la solución se separan precipitaciones escasas, que constan sobre todo de cloruro sódico. El baño de aclarador así obtenido se calienta a 40°, después de lo cual se introduce en el baño 100 g de cretona
- 20. de algodón blanqueada y el material textil se trata durante 45 minutos a temperatura constante. A continuación la cretona de algodón aclarada se exprime y se seca en aire caliente.

Se obtiene cretona de algodón con un efecto blanco brillante e intenso.

- 25. Si se utiliza en el ejemplo anterior en lugar de 2000 g de percloroetileno, la misma dosis de tricloroetileno o de dicloroetano, se obtiene un efecto blanco similar sobre cretona de algodón.

385529



EJEMPLO 33

- 25 mg de la sal de aclarador óptico descrita en el ejemplo 2 se disuelven en 0,5 g de dimetilformamida. Luego, la solución obtenida se adiciona a 200 g de una mezcla de disolventes, que consta de 99% en peso de tricloroetileno y 6% en peso de metanol. A continuación se introduce a temperatura ambiente en el baño de aclarador obtenido 10 g de popelín de algodón y el material textil se trata a temperatura ambiente bajo circulación continuada del baño durante 1 hora.
5. Se obtiene un efecto blanco homogéneo e intenso. Si se utiliza en lugar del popelín de algodón, un tejido o tejido de punto de poliamida-6 o poliamida-6.6 o un tejido de 2 $\frac{1}{2}$ -acetato de celulosa, se obtiene efectos de aclarado similares.
10. Si se substituye en el ejemplo anterior, el 94% en peso de tricloroetileno por la misma dosis de los hidrocarburos indicados en la columna 2 de la siguiente tabla II y se procede usualmente como se describe en el ejemplo, se obtiene un efecto blanco brillante de igual calidad.
- 15.
- 20.

TABLA II

Ejemplo Nº	Hidrocarburos
34	Clorobenceno
35	Mezcla 1:1 de clorobenceno y percloroetileno
36	Xileno
37	Mezcla 1:1 de clorobenceno y xileno
38	Tricloroetano
39	1,1,2-trifluor-2,2,1-tricloroetano

25.

385529



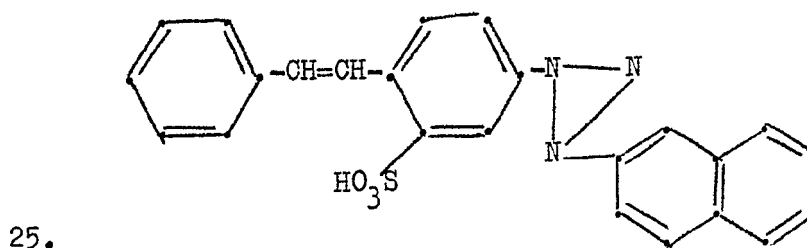
Si se utiliza en los ejemplos 33 a 39, en lugar de 6% en peso de metanol, la misma dosis de uno de los disolventes indicados en la columna 2 de la siguiente tabla III, y por lo demás se procede igualmente a como se indica en este ejemplo, se obtiene aclarados ópticos igualmente homogéneos y bien desarrollados.

TABLA III

Ejemplo Nº	Disolventes miscibles en agua
10.	40 Etanol
	41 Isopropanol
	42 Eter monometílico de etilenglicol
	43 Alcohol tetrahidrofurfúrilico
	44 Dioxano
15.	45 N-metilpirrolidona
	46 Dimetilformamida
	47 Dimetilacetamida

EJEMPLO 48

Se disuelven 215 mg de ácido estilbilnaftotriazol-sulfónico de la fórmula



en 50 g de metanol. Se disuelve por separado 120 mg de 2-undecil-tetrahidropirimidina en 30 g de metanol y se reúnen ambas soluciones, con lo que se origina la solución

385529



5. metanólica de la sal amínica. Luego se agita a fondo y se deslie con 2000 g de percloroetileno. El baño de aclarador originado se calienta a 40° después de los cual se introduce en el baño 100 g de cretona de algodón blanqueada y el material textil se trata durante 45 minutos a temperatura constante. A continuación se exprime la cretona de algodón aclarada y se seca en aire caliente.

Se obtiene cretona de algodón con efecto blanco brillante e intenso.

10. Si se utiliza en el ejemplo anterior, en lugar de 2000 g de percloroetileno la misma dosis de tricloroetileno o de tricloroetano, se obtiene un efecto blanco similar sobre cretona de algodón.

15. Si se utiliza en por lo demás igual forma de trabajo, en lugar de la cretona de algodón indicada en el ejemplo anterior, un tejido de lana blanqueada se obtiene asimismo un efecto de aclarado bueno.

- . . -

N O T A

20. Se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 16959/69 del 14.11.69.

25. 1. Procedimiento para el aclarador óptico de material fibroso orgánico, caracterizado porque el material fibroso orgánico se trata a una temperatura entre la temperatura ambiente y el punto de ebullición de mezclas de disolventes en un baño, que consta de la solución de por lo menos un aclarado óptico aniónico y por lo menos un compuesto de nitrógeno orgánico, que

MCE

385529



- muestra por lo menos un átomo de nitrógeno apto para la formación de sal, en una mezcla de disolventes, que consta del 99% en peso de hidrocarburos insustituídos o halogenados, que hierven entre 50 y 150°C. y de 50
5. a 1% en peso de disolventes orgánicos y líquidos, solubles en agua, que hierven por debajo de 220°C. y el material fibroso aclarado se acaba en forma usual.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza una dosis de un compuesto
10. de nitrógeno orgánico equivalente por lo menos al aclarador aniónico, que muestra por lo menos un átomo de nitrógeno apto para la formación de sal.
3. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por la utilización de una sal de un
15. aclarador óptico conteniendo grupos de ácido sulfónico o de ácido carboxílico con un compuesto de nitrógeno orgánico.
4. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por la utilización de alquilaminas con un
20. radical alquílico que muestra de 12 a 28 átomos de carbono.
5. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por la utilización de alquilguanidinas con un grupo alquílico que muestra de 12 a 18 átomos de carbono.
25. 6. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por la utilización de alquilimidazolina y tetrahidro_pirimidinas con un radical alquílico que mues-

M/E

385529



tra de 12 a 18 átomos de carbono.

5. 7. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por la utilización de derivados del ácido 4,4'-bis-triazinilamino-stilben-sulfónico, del ácido stilbilnaftotriazol-sulfónico, 4,4'-bis-triazolil-stilben-sulfónico o de derivados de diaril- y triarilpirazolina conteniendo grupos de ácido carboxílico y de ácido sulfónico.

10. 8. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por la utilización de una mezcla de disolvente, que consta de 80 a 99% en peso de un hidrocarburo alifático inferior clorado que lleve entre 50 y 150^o C y de 20 a 1% en peso de un disolvente orgánico, líquido soluble en agua, que hierve por debajo de 220^oC.

15. 9. Procedimiento, según la reivindicación 8, caracterizado por la utilización de mezclas de disolventes, que consta de 90 a 99% en peso de tricloroetileno, percloroetileno o dicloroetano y de 10 a 1% en peso de metanol.

20. 10. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque el tratamiento se efectúa según el procedimiento de extracción en una proporción de baño de 1:5 a 1:300, calculado sobre parte en peso.

25. 11. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por la utilización de fibras de celulosa en calidad de material fibroso orgánico.

12. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a

MCE

385529



10, caracterizado por la utilización de fibras de poli-
amida sintética, en calidad de material fibroso orgánico.

13. Procedimiento para el aclarado óptico de
material fibroso orgánico.

5. Según se describe y reivindica en la presente
memoria descriptiva que consta de 27 hojas foliadas y es-
critas a máquina por una sola cara.

Madrid a 13 de Noviembre de 1970

p.a. JAIMÉ ISERN

P. P.

Firmado: JOSE F. NIETO

mf