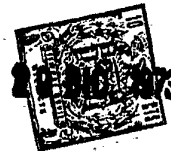


PATENTE DE INVENCIÓN

=====
Case 15-3149
1050/CG/JR/DM

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>C 09</u>
SUBCLASE <u>B</u>



389368

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la obtención de soluciones adecuadas
como agentes auxiliares de fijación para colorantes aniónicos.

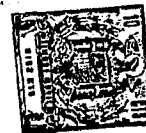
Solicitante: SANDOZ A.G.,
entidad suiza, residente en
Basilea, Suiza.

La patente alemana nº 855.001 describe
un procedimiento para la obtención de productos de
condensación orgánicos nitrogenados, solubles en
agua, de polialquilenpoliaminas y cianamidas y sus
derivados. Los productos de condensación son líqui-

5.

389368

-2-



dos básicos, en forma de jarabe, casi incoloros, o sustancias sólidas, que con ayuda de ácidos mono- o polibásicos, orgánicos o inorgánicos, se pueden transformar en sales.

5.

Los productos básicos, o sus sales hidrosolubles, son adecuados como tales, o junto con compuestos hidrosolubles de los metales polivalentes, tales como cobre, para mejorar las propiedades de solidez de los teñidos con colorantes sustantivos sobre celulosa. Entran en consideración por ejemplo,

10.

los productos de condensación de polietileno-poliaminas y diciandiamida, por ejemplo, aquellos de trietilentetramina y diciandiamida, tetraetilenpentamina y diciandiamida y especialmente aquellos de dietilentriamina y diciandiamida. Sorprendentemente, se ha demostrado que los productos de condensación, con relación a la fijación para los colorantes directos,

15.

no resultan unitarios; un 7 a 20% de los productos de condensación existentes en la solución son, como agentes auxiliares para la fijación de colorantes directos, poco o nada activos. Mediante medidas adecuadas se pueden obtener fracciones en las cuales está prácticamente contenido todo el efecto fijador,

20.

mientras al lado existen fracciones con muy poco o ningún efecto fijador.

25.

El objeto de la invención es un procedimiento para la obtención de soluciones que son adecuadas como agente auxiliar de fijación para colorantes aniónicos, y que se caracteriza porque de las soluciones acuosas, que contienen los productos de

30.

El objeto de la invención es un procedimiento para la obtención de soluciones que son adecuadas como agente auxiliar de fijación para colorantes aniónicos, y que se caracteriza porque de las soluciones acuosas, que contienen los productos de

1389368

-3-



condensación (A) de polialquilenpoliaminas y clab-
amidas, o sales hidrosolubles de estos productos de
condensación, se precipitan los componentes hidro-
solubles y se retiran.

5. Según la presente invención, las solu-
ciones así obtenidas contienen aún, como máximo,
un 15% en peso (referido al contenido total de ma-
teria seca) de los productos secundarios insolubles
en agua (sustancias de carga) formadas en la prepa-
ración de los productos de condensación A, y que como
agentes auxiliares para la fijación de colorantes
aniónicos y en especial para los colorantes directos
tienen poca o ninguna eficacia.

10. La solución acuosa de la cual se han
de separar las materias sólidas precipitadas se pue-
den obtener de distintas formas. El producto de con-
densación en bruto se puede, por ejemplo, disolver en
agua a temperatura más elevada, con lo cual se forma
una solución clara. Pero también se pueden disolver
en agua las sales hidrosolubles de los productos de
condensación o disolver los productos de condensa-
ción en un ácido preparado. A continuación se dejan
reposar las soluciones, ventajosamente a temperaturas
no superiores a 30°, en caso dado durante varios días,
hasta que de ellas se hayan separado las materias
sólidas. En caso dado se puede acelerar la precipita-
ción introduciendo gérmenes. Las materias sólidas for-
madas se componen de las partes poco o nada adecuadas
como agentes de fijación. Así, por ejemplo es también
posible agitar a temperatura ambiente los productos

389368

-4-



de condensación presentes en trozos, junto con agua, por ejemplo, durante 3 - 20 horas. Las materias sólidas que se precipitan primeramente en forma fina se transforman así en una forma más basta y filtrable.

5. Según el presente procedimiento se separan según métodos conocidos, por ejemplo, por filtración, por decantación o por centrifugación o por el empleo combinado de tales métodos de separación. Queda una solución acuosa clara, empobrecida en productos secundarios.
- 10.

La cantidad de los productos secundarios ineficaces que se obtienen en la condensación depende de las condiciones de reacción en la preparación de la base. Ascienden aproximadamente a un 7 - 20% en peso de la base en bruto.

15.

Para el presente procedimiento son adecuadas las soluciones que contienen aproximadamente un 10 - 70% de materia seca, especialmente un 30 - 60% de materia seca.

20.

Las soluciones obtenidas muestran, en comparación con las soluciones de los productos de condensación en bruto, una estabilidad al almacenamiento mejorada.

25.

Las soluciones de la presente invención son muy adecuadas para fijar colorantes aniónicos y, especialmente, colorantes directos, por ejemplo, sobre material fibroso o fibras de celulosa natural o regenerada y especialmente también en la preparación de papel teñido. Son también adecuadas,

30.

por ejemplo, solas o junto con compuestos hidro-

389368



solubles de metales polivalentes, tales como cobre, para mejorar las propiedades de solidez de los teñidos con colorantes sustantivos, para la obtención de fibras. Poseen además la propiedad de precipitar colorantes ácidos de sus soluciones acuosas.

5.

Los teñidos obtenidos poseen una mejorada solidez al alcohol que los teñidos obtenidos con los productos de condensación en bruto.

En los ejemplos siguientes, las partes significan partes en peso y los porcentos % en peso, las temperaturas se indican en grados centígrados.

10.

Ejemplo 1 -

500 partes del producto de condensación de dicianidamida y dietilentriamina, según el ejemplo 4 de la patente alemana 855.001 se pulverizan y se introducen en 500 partes de agua a temperatura ambiente. Todo ello se agita durante 5 horas a 15-30° y después se deja reposar durante 72 horas a temperatura ambiente. Se obtiene así un precipitado que se separa por filtración. Ascende, después de secar, a 47 partes.

15.

20.

Ejemplo 2 -

En un matraz con agitador y refrigerador de reflujo se preparan 450 partes de dietilentriamina y 378 partes de dicianidamida. Todo ello se mantiene durante 6-8 horas a una temperatura de 107 - 157°, se enfría y se moltura.

25.

135 partes del producto obtenido se disuelven en 600 partes de agua. Después se neutraliza con unas 81 partes de ácido clorhídrico al 36,5%

30.



y con agua se ajusta a 1000 partes. La solución se pasa a un embudo de punta en el que se deja durante 10 días a cero grados. Después se decanta a través de un filtro. Se obtiene una solución clara además de un residuo blanco, pulverulento después de secar, que se desecha.

5.

Ejemplo 3 -

10.

1000 partes del producto de condensación obtenido según el ejemplo 4 de la patente alemana 855.001, de dicianidamida y dietilentriamina se introducen en el plazo de 60-90 minutos, bajo agitación, en 860 partes de agua.

15.

La temperatura se mantiene aquí por debajo de los 30°. 4 - 5 horas después de la adición se ha formado una solución turbia. Bajo fuerte enfriamiento se vierten entonces 730 partes de ácido clorhídrico al 30% de manera que mediante refrigeración con agua la temperatura se mantenga siempre por debajo de 50°. Mediante ulterior adición de 60 partes de ácido clorhídrico al 30% se ajusta el pH a 7,0 (el pH se midió en una solución diluida 10 veces con el medidor del pH).

20.

25.

Terminada la neutralización se agregan 20 partes de tierra de diatomeas y la mezcla se sigue agitando durante 15 horas. Después se calienta a 70 ± 5° y se mantiene durante 60 - 90 minutos a esta temperatura y a continuación se filtra, sin enfriar, a través de un filtro en espiral. La temperatura óptima de filtrado asciende a 50-70°. El residuo de filtración asciende a 70 partes, del cual 20

30.

389368



-7-

partes son tierra de diatomeas.

Ejemplo 4 -

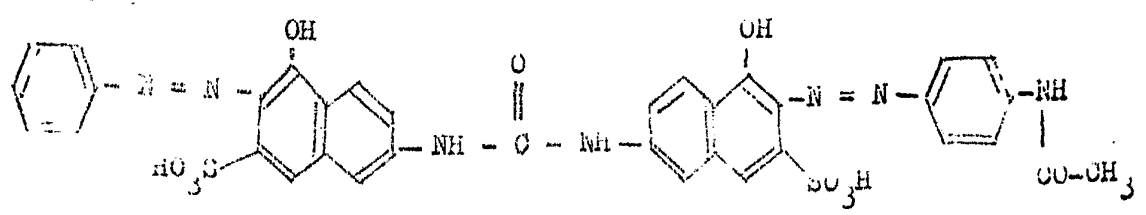
5. 600 partes del producto de condensación obtenido según el ejemplo 11 de la patente alemana 855.001 se mantienen con 350 partes de agua bajo agitación a 60 - 70° hasta que el producto de condensación se haya disuelto. Se deja reposar durante 5 días a 30° y a continuación se separa por filtración.

10. Ejemplo 5 -

Un trozo de algodón teñido con un 2% de Solarviolett BL [Schultz, Farbstofftabellen (Tablas de colorantes) 7ª ed. Krp. Tomo 1, pág. 133 (1934)] se pasó durante 20 minutos por un baño con una longitud de flota de 1:40 que, referido al peso de celulosa, contiene un 3% de una solución según el ejemplo 3. Después se enjuaga y se seca. Las solideces al mojado se han mejorado considerablemente en comparación con el teñido sin tratar.

20. Ejemplo 6 -

A 1000 partes de celulosa de papel (celulosa de pinos, blanqueada al sulfito) que se encuentra en la tina con una densidad de la materia de un 4% y un grado de molturación de 20°SK se le agregan 20 partes del colorante aniónico de fórmula



25.



Después de un tiempo de mezcla de 10 minutos se agregan 20 partes de la solución obtenida según el ejemplo 3. La mezcla así obtenida se sigue elaborando a papel. El teñido a 2% obtenido tiene una solidez al mojado mejorada, especialmente una solidez al alcohol mejorada.

5.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo 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 a dos Solicitudes de

10.

Patente presentadas en Suiza, números 4258/70 de 20 de marzo de 1970 y 4779/70 de 1 de abril de 1970, 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 PARA LA OBTENCION DE SOLUCIONES ADECUADAS COMO AGENTES AUXILIARES DE FIJACION PARA COLORANTES ANIONICOS; caracterizándose por lo siguiente:

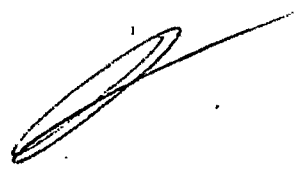
15.

20.

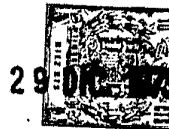
1ª.- Procedimiento para la obtención de soluciones adecuadas como agentes auxiliares de fijación para colorantes aniónicos, caracterizado porque comprende mezclar el producto de condensación de una polialquileno-poliamina y una cianamida, que contiene entre 7 y 20 % en peso de compo-

25.

30.



389368



- 9 -

5. nentes ineficaces, con agua, preferiblemente acídica, para disolver los componentes solubles en agua del producto de condensación; permitir el envejecimiento de la mezcla resultante durante un periodo suficiente para permitir la precipitación de por lo menos 85 % de los componentes ineficaces de la solución resultante, preferiblemente durante un periodo de por lo menos 15 horas; separar el precipitado; y recuperar una solución acuosa de dicho producto de condensación que no contiene mas de 3 % en peso de componentes ineficaces.
- 10.

15. 2ª.- Procedimiento para la obtención de soluciones adecuadas como agentes auxiliares de fijación para colorantes aniónicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de nueve hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

29 DIC. 1970

SANDOZ A.G.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET
c. p. Fleming L. García Fernández

A large, stylized handwritten signature in dark ink, written over the typed name and address of the signatory.

A large, stylized handwritten signature or mark in dark ink, located at the bottom left of the page.