



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO	(10) A I
	(21) 455.742	
	(22) FECHA DE PRESENTACION	
	8-2-77	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
1610/76	10-2-76	Suiza.

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	D06L 3/12	

(84) TITULO DE LA INVENCION
UN PROCEDIMIENTO PARA EL BLANQUEO OPTICO DE SUSTRATOS DE POLIAMIDA SINTETICA SOLA O EN MEZCLA.

(71) SOLICITANTE (S)
SANDOZ AG

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
CH-4002 Basle, Suiza.

(72) INVENTOR (ES)
Fritz Fleck; Emmanuel Hervot; Peter Merk; Horst Schmid y Achim Wiedermann de nacionalidad suiza el primero, francesa el segundo y alemana el resto.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU

Caso 150-3844

PERFECCIONAMIENTOS EN O RELACIONADOS CON COMPUESTOS

ORGANICOS

La presente invención se refiere a un procedimiento para el blanqueo óptico.

5 De acuerdo con la presente invención, se proporciona un procedimiento para el blanqueo óptico de substratos de poli- amida sintética sola o en mezcla; en dicho procedimiento, el blan- queador se aplica al substrato por impregnación y siguiente tra- tamiento térmico y, además, se aplica dicho blanqueador óptico en  
10 presencia de un compuesto o de una mezcla de compuestos de fórmu- la I,



en la que R significa -OH, -NR<sub>1</sub>R<sub>2</sub> o  $\begin{matrix} \text{X} \\ \text{''} \\ \text{-NHC-NHR,} \end{matrix}$

X significa O, S o NH,

15 y R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub>, cada una independientemente de la otra, significan hidrógeno, alquilo que contiene de 1 a 6 átomos de carbono o hidroxialquilo que contiene de 2 a 4 átomos de carbono,

los compuestos de fórmula I son en forma de bases libres o en for- ma de sales de adición de ácidos o, cuando R significa un grupo  
20 hidroxí, en forma de ácido O-sulfónico.

En los compuestos de fórmula I, el sustituyente R significa preferentemente -OH o -NR<sub>1</sub>R<sub>2</sub>.

25 Cuando, en los compuestos de fórmula I, los substitu- yentes R<sub>1</sub> y/o R<sub>2</sub> significan alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, se trata preferentemen- te de un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, en particular de un grupo metilo o etilo. Cuando R<sub>1</sub> y/o R<sub>2</sub> significan un grupo hidroxialquilo, se trata preferentemente del grupo β- hidroxietilo o β-hidroxipropilo. R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> significan, de preferencia, hidrógeno. R significa, de preferencia, un grupo hidroxí o amino.

Los compuestos de fórmula I se utilizan de preferencia en forma de sales de adición de ácidos o, cuando R significa un grupo hidroxil, en forma del ácido O-sulfónico. Las formas de sales de adición de ácidos son particularmente preferidas.

5 Cuando los compuestos de fórmula I son en forma de sales de adición de ácidos, el ácido utilizado es, de preferencia, uno de los habitualmente empleados para transformar aminas en sus sales de adición de ácidos, por ejemplo un ácido mineral, tal como el ácido sulfúrico, el ácido fosfórico y el ácido clorhídrico, un  
10 ácido orgánico carboxílico, tal como el ácido acético, el ácido fórmico y el ácido benzoico, y un ácido orgánico sulfónico, tal como el ácido p-toluenosulfónico; los ácidos preferidos son el ácido sulfúrico, el ácido fosfórico, el ácido clorhídrico y el ácido acético.

15 Como compuestos de fórmula I apropiados según la invención, se puede citar la hidroxilamina, el hidrogenosulfato de hidroxilamina, el sulfato de hidroxilamina, el clorhidrato de hidroxilamina, el ácido hidroxilamina-O-sulfónico, el acetato de hidroxilamonio, la hidracina, el sulfato de hidracina, el clorhidrato de hidracina, la semicarbácida y el clorhidrato de semi-  
20 carbácida.

Si se efectúa el procedimiento de blanqueo óptico en medio ácido y se utiliza un compuesto de fórmula I en forma de base libre, conviene convertir este último en una sal de adición  
25 de ácido.

De acuerdo con el procedimiento de la invención, se impregna el substrato a una temperatura comprendida entre 10 y 40°C, preferentemente entre 15 y 30°C con un baño de blanqueo óptico mediante métodos usuales hasta obtener la absorción deseada. Es preferible adoptar el método por fulardado. El siguiente  
30 tratamiento térmico puede, asimismo, llevarse a cabo de manera convencional, a una temperatura elevada que permita la fijación del blanqueador y, eventualmente, también la fijación de las fibras cuando se trate de una materia textil. Conviene trabajar a

95°C como mínimo. El tratamiento térmico puede realizarse, por ejemplo, por choque ácido, es decir, efectuando la fijación en medio ácido, a la temperatura de ebullición aproximadamente, utilizando vapor saturado, en particular vapor recalentado o bien calor seco. De preferencia se emplea el tratamiento termosol. El procedimiento de la invención es particularmente apropiado para el blanqueo óptico a la continua, especialmente para el procedimiento termosol que asegura blanqueos ópticos excelentes y muy rentables.

Las poliamidas sintéticas apropiadas son las poliamidas 11, 6,6 y 6; pueden estar presentes en cualquier forma convencional, por ejemplo en forma de fibras, de filamentos, de hilados de tejidos, de napas tejidas o sin tejer, así como de alfombras.

De acuerdo con el procedimiento de la invención, el blanqueador óptico puede utilizarse en cantidades habituales, por ejemplo entre un 0,001% y un 5%, preferentemente entre un 0,01% y un 2%, calculado sobre el peso del sustrato a blanquear. La cantidad óptima depende, desde luego, del blanqueador particular utilizado y de las condiciones del procedimiento adoptado.

La cantidad de compuesto de fórmula I a utilizar, calculada sobre la cantidad de blanqueador, puede variar dentro de amplios límites, pero será generalmente entre 0,1 y 20 partes en peso por parte en peso del blanqueador óptico, ventajosamente entre 0,15 y 10 partes y, de preferencia, entre 0,2 y 5 partes por parte de blanqueador óptico.

La concentración del compuesto de fórmula I en el baño de impregnación que contiene el blanqueador óptico es preferentemente entre 0,1 y 40 gramos/litro, en particular entre 1 y 10 gramos/litro y, en especial, de 3 a 7 gramos/litro; la concentración últimamente mencionada es particularmente preferida para los casos en los que la absorción de baño es del 80% al 100%, calculado sobre el peso del sustrato seco.

El compuesto de fórmula I se emplea generalmente a un 0,01% como mínimo, de preferencia entre un 0,01 y un 2%, en parti-

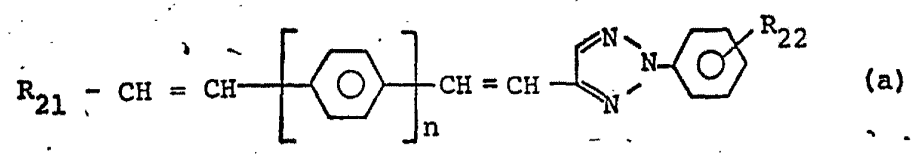
cular entre un 0,1 y un 1% y, en especial, entre un 0,3 y un 0,7%, calculado sobre el peso del substrato.

Según un modo de ejecución preferido de la invención, se impregna un substrato con un baño que contiene el blanqueador óptico y el o los compuesto(s) de fórmula I. Se ajusta el pH del baño con un ácido o con un generador de ácido según métodos habitualmente utilizados para el blanqueo óptico de poliamidas sintéticas; el pH del baño de impregnación es ventajosamente entre 2,5 y 5, de preferencia entre 3 y 4, en particular entre 3 y 3,5. La fijación se efectúa tratando el substrato, por ejemplo, con vapor saturado, por ejemplo a una temperatura comprendida entre 100° y 102°C, con vapor recalentado, por ejemplo a una temperatura entre 120° y 140°C o, de preferencia, con calor seco, por ejemplo a una temperatura comprendida entre 140° y 200°C, preferentemente entre 150° y 180°C, dependiendo de la naturaleza del substrato a tratar. Los substratos tratados de este modo pueden luego aclararse y secarse según procesos habituales.

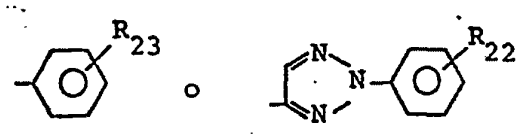
Como blanqueador óptico puede utilizarse cualquier blanqueador óptico apropiado para el blanqueo óptico de poliamidas sintéticas; dicho blanqueador puede ser soluble o insoluble en agua. De este modo pueden utilizarse los blanqueadores ópticos llamados "blanqueadores ópticos para poliamidas" y los llamados "blanqueadores universales", prefiriéndose, sin embargo, los blanqueadores ópticos exentos de grupos fuertemente básicos o de grupos amino primarios, secundarios o terciarios fijados sobre un radical de la s-triacina. Los blanqueadores ópticos particularmente preferidos son los que pertenecen a la serie del estilbena, del estireno, de la pirazolina o del triazol, en particular los blanqueadores ópticos descritos en las Solicitudes de patente alemanas N° 2,145,019; 2,011,552; 2,142,564; 1,279,636; 1,619,046; 2,248,820; 2,524,927; 2,345,159; 2,212,480; 2,423,091 y 2,534,185; en las Solicitudes de patente francesas N° 1,576,018; 1,583,595 y 1,354,629; en las Patentes alemanas N° 923,267 y 1,080,963; en las Patentes belgas N° 721,754 y 666,139, en la Solicitud de patente holandesa N° 6605212, en la Patente estado-

unidense N° 1,108,416 y en la Patente del Reino Unido N° 712,764. Se obtienen resultados particularmente satisfactorios con los blanqueadores ópticos de la serie del naftotriazolil-(2)-estilbeno que llevan grupos sulfo y con los blanqueadores ópticos de la serie de la 1,3-difenilpirrazolina, en particular aquellos en los que el grupo fenilo situado en la posición 1 del resto pirrazolínico está substituido por un grupo acilo y el grupo fenilo fijado en la posición 3 está eventualmente substituido por un átomo de cloro y/o por un grupo metilo, pudiendo el resto pirrazolínico llevar los substituyentes habituales.

Como ejemplos de otros blanqueadores ópticos preferidos para la utilización en el procedimiento de la invención, pueden citarse, en particular, los compuestos de fórmula (a),



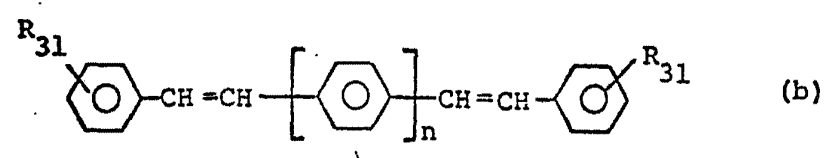
en la que  $R_{21}$  significa un radical



$R_{22}$  significa hidrógeno o  $-SO_3M$ ,

$R_{23}$  significa hidrógeno, cloro o  $-SO_3M$  y  $n$  significa 1 ó 2;

los compuestos de fórmula (b)



en la que las  $R_{31}$  significan, cada una independientemente de la otra, hidrógeno,  $-SO_3M$  o un grupo

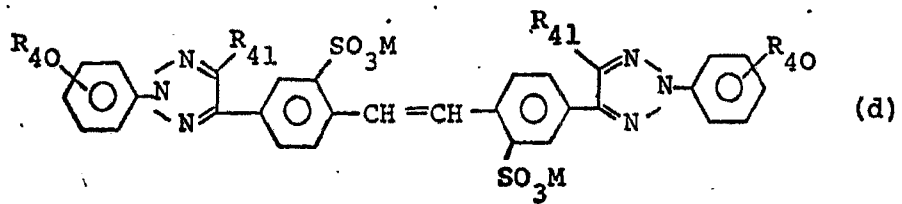
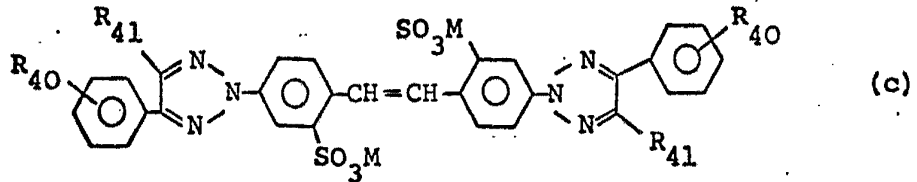
alquilsulfonilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, y

n es tal como definida anteriormente,

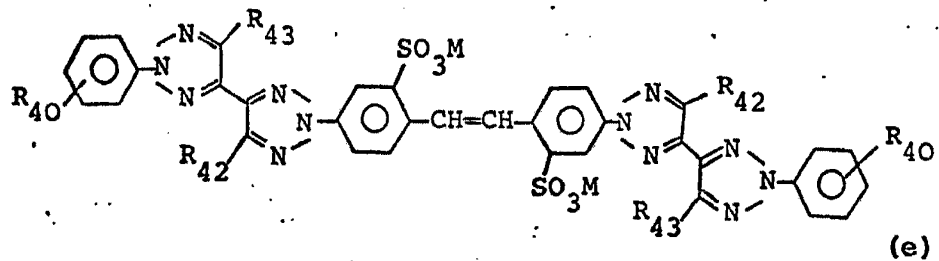
los compuestos de las fórmulas (a) y (b) son preferentemente simétricos,

5

y los compuestos de las fórmulas (c), (d) o (e) siguientes



y



en las que las  $R_{40}$  son idénticas y significan hidrógeno o  $-SO_3M$ ,

las  $R_{41}$  son idénticas y significan hidrógeno, metilo o cloro, y

10

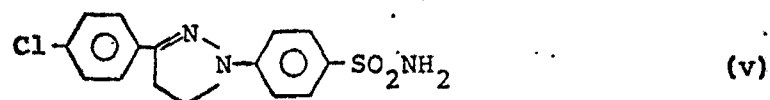
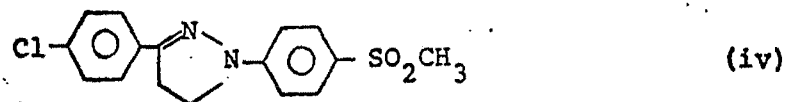
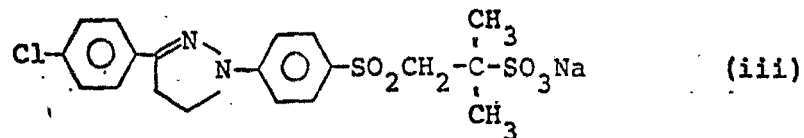
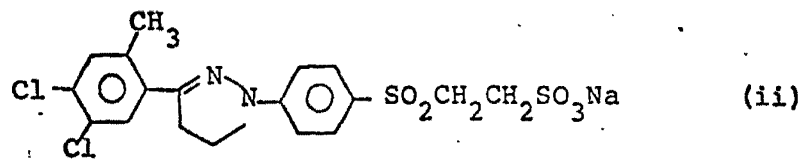
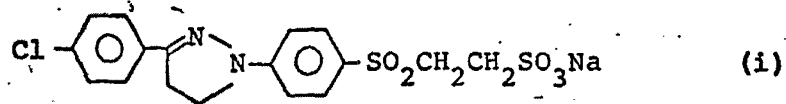
y las  $R_{42}$  y  $R_{43}$ , cada una independientemente de las otras, significan hidrógeno o metilo

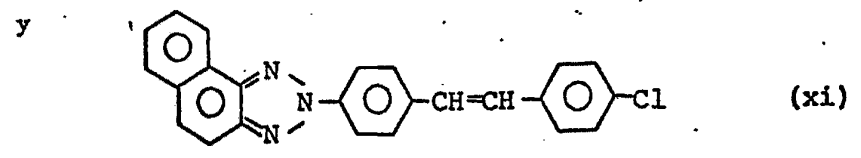
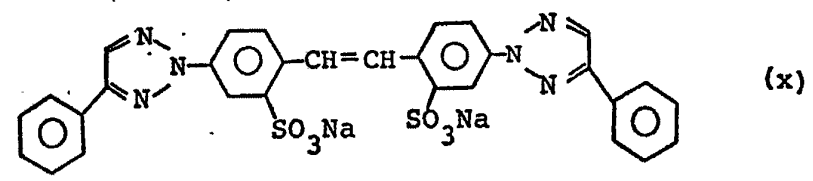
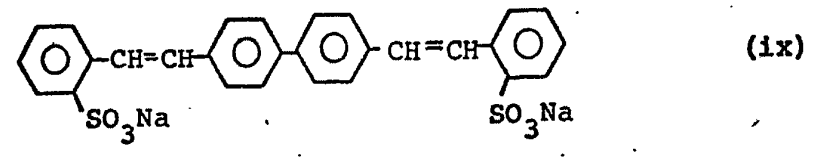
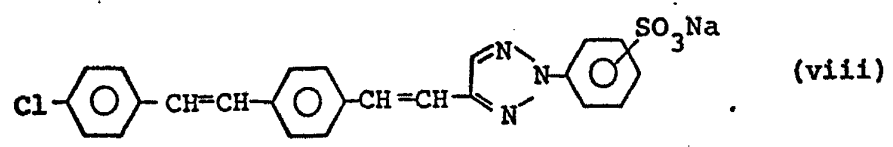
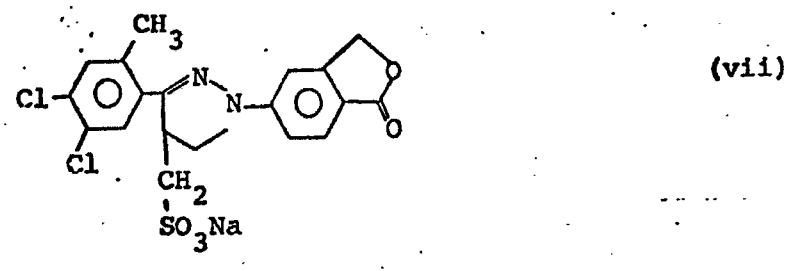
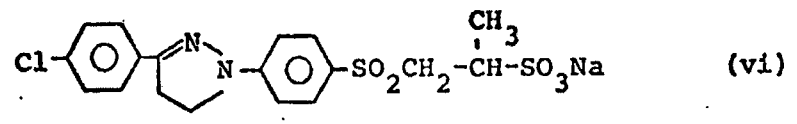
los compuestos de las fórmulas (c), (d) y (e) son preferentemente simétricos.

En las fórmulas arriba indicadas, el símbolo M significa hidrógeno o un catión no cromofórico. Cuando M representa un catión no cromofórico, se trata de preferencia de un catión de metal alcalino, del catión amonio o de un catión amonio substituido, como por ejemplo los cationes mono-, di- o trialquilamónio en los que el grupo alquilo contiene de 1 a 4 átomos de carbono, y los cationes mono-, di- y tri-alcanolamónio en los que el grupo alcohol contiene de 2 a 4 átomos de carbono. M representa preferentemente un átomo de sodio.

10

Los blanqueadores ópticos particularmente preferidos para la utilización en el procedimiento de la invención son los compuestos que corresponden a una de las fórmulas (i) a (vii) siguientes:





De acuerdo con el procedimiento de la invención, se utilizan preferentemente los blanqueadores ópticos aniónicos. Cuando los blanqueadores ópticos aniónicos están contaminados por sales, tales como el carbonato de sodio, el cloruro de sodio

o el sulfato de sodio, se prefiere, para la utilización en el procedimiento de la invención, que dichos blanqueadores ópticos contengan una cantidad mínima de sal, por ejemplo un 0 a 20%, preferentemente un 0 a 10%, calculado sobre el peso del blanqueador.

5

En adición al(lós) compuesto(s) de fórmula I y al blanqueador óptico, el baño de impregnación puede contener también otros aditivos convencionalmente utilizados para el blanqueo óptico de poliamidas sintéticas. De este modo, al baño de impregnación pueden añadirse amidas, en particular urea. La cantidad de tal amida puede variar dentro de amplios límites, por ejemplo entre 0 y 100 partes por parte de blanqueador óptico. Sin embargo, por lo general se utiliza la amida en cantidades comprendidas entre 0 y 20, de preferencia entre 0,2 y 10, en particular entre 0,3 y 7 partes por parte de blanqueador óptico. El baño de impregnación puede contener asimismo los éteres poliglicólicos habitualmente utilizados para el blanqueo óptico de poliamidas sintéticas. Tales éteres tienen preferentemente pesos moleculares de 200 a 1200, de preferencia entre 300 y 600 y son de preferencia éteres polialquilenoglicólicos o productos de condensación de óxidos de alquileno, tales como el óxido de etileno, de propileno o de butileno, con alcoholes, tioalcoholes o fenoles o bien tiofenoles eventualmente substituidos por grupos alquilo, o mezclas de tales compuestos. Los productos de condensación obtenidos a partir de alcoholes o de fenoles substituidos por grupos alquilo son preferidos a los derivados tio y a los compuestos preparados a partir de fenoles no substituidos. El óxido de alquileno preferido es el óxido de etileno; los alcoholes y tioalcoholes preferidos son los que contienen de 8 a 18 átomos de carbono y los fenoles y tio-fenoles preferidos son los que llevan uno o dos grupos alquilo que contienen, cada uno, de 4 a 9 átomos de carbono. Los éteres polialquilenoglicólicos obtenidos por condensación con alcoholes o con tio-alcoholes contienen preferentemente de 5 a 18 moles, en particular 10 moles de óxido de alquileno por mol de alcohol o de tio-alcohol y aquellos formados con fenoles o tio-fenoles, contienen, de preferencia, de 4 a 20,

10

15

20

25

30

35

en particular de 8 a 10 moles de óxido de alquileo. Como ejemplos de tales productos de condensación, pueden citarse el iso-octil-O—(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>p</sub>—H, el 2-etilhexil-O—(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>p</sub>—H, el 3,5,5-trimetilhexil-O—(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>p</sub>—H, el lauril-O—(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>p</sub>—H, en donde p significa un número de 5 a 10 inclusive, el n—C<sub>13</sub>H<sub>27</sub>-O—(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>5</sub>H, el iso-C<sub>13</sub>H<sub>27</sub>-O—(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>8</sub>—H, el estearil-O—(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>5</sub>—H, el oleil-O—(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>5</sub>—H, o el mono o dinonilfenil-O—(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>m</sub>—H, el mono- o di-iso-octilfenol-O—(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>m</sub>—H, el 2,4-di-terc.-amilfenil-O—(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>m</sub>—H o el 2,4-di-terc.-butilfenil-O—(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>m</sub>—H, en donde m significa un número de 8 a 12 inclusive, de preferencia 10.

Como mencionado más arriba, el éter poliglicólico a utilizar puede ser un producto puro o una mezcla de productos; así, por ejemplo, se puede utilizar un éter polietilenoglicólico o una mezcla de éter poliglicólico de alquilfenol. Sin embargo, se utilizan de preferencia las mezclas, en particular las mezclas que contienen del 60% al 85% éter polietilenoglicólico u otro éter poli-alquilenoglicólico, y del 15% al 40% de un producto de condensación según los descritos anteriormente. Sin embargo, la cantidad del producto de condensación a utilizar es generalmente inferior, por ejemplo entre el 10% y el 20%, cuando el baño contiene otros aditivos, tales como agentes antiespumantes, generalmente ésteres, por ejemplo ésteres orgánicos tales como los benzoatos de bencilo y los ésteres del ácido alcanocarboxílico tales como el acetato de butilo o el 2-etil-hexanoato de 2-etilbutilo, o ésteres de ácidos minerales, tales como el fosfato de tri-isobutilo. Cuando el baño de impregnación contiene un agente antiespumante, la cantidad de este agente antiespumante puede alcanzar un 25%, de preferencia entre un 5% y un 10% calculado sobre el peso del éter poliglicólico.

30 Cuando al baño de impregnación se le añade un éter poliglicólico, se utilizarán generalmente de 0,2 a 40 partes en peso de éter poliglicólico por parte de blanqueador óptico, de preferencia de 0,5 a 25 partes, en particular de 2 a 10 partes en peso por parte de blanqueador óptico.

De acuerdo con el procedimiento de la invención, se utilizan baños de impregnación cuya composición en compuestos de fórmula I, en éter poliglicólico y en urea es la siguiente:

- 5           2 a 10 partes en peso, de preferencia, 2 a 8 partes en peso  
          de un compuesto de fórmula I,  
          0 a 35 partes en peso, de preferencia, 10 a 35 partes en peso de éter poliglicólico o de una mezcla de éteres poliglicólicos, y  
10           0 a 20 partes en peso, ventajosamente 1 a 20, de preferencia,  
          1,3 a 14 partes en peso de urea.

La presente invención se refiere asimismo a preparaciones sólidas, en especial líquidas, apropiadas para la preparación de baños de impregnación para el blanqueo óptico según el nuevo procedimiento. Tales preparaciones líquidas contienen, de  
15           preferencia, un blanqueador óptico, un compuesto de fórmula I, un éter poliglicólico o una mezcla de éteres poliglicólicos (eventualmente en presencia de un agente anti-espumante) y, eventualmente, una amida, tal como la urea. Por lo general, tales preparaciones líquidas se componen como sigue:

- 20           0,1 a 10 partes en peso de blanqueador óptico, de preferencia  
          0,2 a 5 partes,  
          0,1 a 10 partes en peso de un compuesto de fórmula I, de preferencia 0,1 a 2 partes,  
          0,0 a 10 partes en peso de urea, de preferencia 0,1 a 2 partes,  
25           0,2 a 25 partes en peso de un éter poliglicólico o de una mezcla de éteres poliglicólicos conteniendo, eventualmente, un agente anti-espumante, de preferencia 0,6 a 12 partes en peso de éter poliglicólico, y  
          hasta 50 partes en peso de agua, de preferencia 0,9 a 20 partes.  
30

Las preparaciones líquidas según la invención tienen ventajosamente la composición siguiente:

$X_1 = 1$  parte en peso de blanqueador óptico,

$X_2 = 0,1$  a 20 partes en peso de un compuesto de fórmula I,

$X_3 = 0$  a 20 partes en peso de urea,

5  $X_4 = 0,2$  a 40 partes en peso de éter poliglicólico o de una mezcla de éteres poliglicólicos, conteniendo, eventualmente un agente anti-espumante, y

$X_5 = Y$  partes en peso de agua para obtener una dispersión estable o una solución; se utilizará una cantidad de agua más mínima posible.

10 En las preparaciones arriba indicadas,

$X_2$  significa de preferencia  $X_2^I$ , es decir, 0,15 a 10 partes en peso de compuesto de fórmula I, de mayor preferencia significa  $X_2^{II}$ , es decir, 0,2 a 5 partes en peso de compuesto de fórmula I.

15  $X_3$  significa de preferencia  $X_3^I$ , es decir, 0,5 a 25 partes de peso de urea, de preferencia representa  $X_3^{II}$ , es decir, 0,3 a 7 partes en peso de urea,

$X_4$  representa de preferencia  $X_4^I$ , es decir, 0,5 a 25 partes en peso de éter(es) poliglicólico(s), de preferencia significa  $X_4^{II}$ , es decir, 2 a 10 partes en peso de éter poliglicólico,

20 De este modo, las preparaciones preferidas tienen la composición siguiente:  $X_1 + X_2^I + X_3^I + X_4^I + X_5$ ; las preparaciones particularmente preferidas son de composición:  $X_1 + X_2^{II} + X_3^{II} + X_4^{II} + X_5$ .

25 Otras preparaciones líquidas apropiadas son las siguientes:

- a) blanqueadores ópticos, uno o varios compuestos de fórmula I, agua, y eventualmente urea,
- b) blanqueadores ópticos, un éter poliglicólico, agua y eventualmente urea.
- 30 c) compuesto(s) de fórmula I, un éter poliglicólico, agua y eventualmente urea.

Las preparaciones líquidas del tipo a) tienen la composición siguiente:  $X_1 + X_2 + X_3 + X_5$ , de preferencia  $X_1 + X_2' + X_3' + X_5$ , en particular  $X_1 + X_2'' + X_3'' + X_5$ . Si a partir de tal preparación se prepara el baño de impregnación, conviene añadir un éter poliglicólico según descrito más arriba.

Las preparaciones líquidas del tipo b) tienen la composición siguiente:  $X_1 + X_3 + X_4 + X_5$ , de preferencia,  $X_1 + X_3' + X_4' + X_5$ , en particular  $X_1 + X_3'' + X_4'' + X_5$ . Estas preparaciones pueden presentarse en forma de dispersión o, de preferencia, en forma de una auténtica solución. En la preparación del tipo b), el éter poliglicólico utilizado es de preferencia una mezcla constituida en un 60 a 85% de éter polietilenoglicólico y en un 15 a 40% de un éter poliglicólico de un alcohol o, de preferencia, de un alquilfenol, como descrito más arriba. Si a partir de tal preparación se prepara el baño de impregnación para el blanqueo óptico según la invención, se añade uno o varios compuestos de fórmula I.

Las preparaciones líquidas del tipo c) tienen la composición siguiente:  $X_2 + X_3 + X_4 + X_5$ , de preferencia  $X_2' + X_3' + X_4' + X_5$ , en particular  $X_2'' + X_3'' + X_4'' + X_5$ . Las preparaciones preferidas de este tipo son las que se presentan en forma de auténticas soluciones. Si, a partir de tal preparación se prepara el baño de impregnación, conviene añadirle a éste un blanqueador óptico.

En caso dado, las preparaciones líquidas pueden contener también otros aditivos, tales como ácidos para ajustar el pH, o bien agentes de dispersión para casos en los que se utilizan blanqueadores ópticos insolubles o poco solubles en agua.

Las preparaciones sólidas contienen un blanqueador óptico, un compuesto de fórmula I y, eventualmente, urea; dichas preparaciones tienen generalmente la composición siguiente:

- 0,1 a 10 partes en peso de blanqueador óptico
- 2 a 10 partes en peso de un compuesto de fórmula I, de preferencia 2 a 8 partes,
- 0 a 25 partes en peso de urea, de preferencia 1 a 20 partes, en particular 1,3 a 14 partes en peso de urea.

Como ejemplos de preparaciones sólidas apropiadas, pueden darse las de la composición siguiente:  $X_1 + X_2 + X_3$ , de preferencia  $X_1 + X_2' + X_3'$ , en particular  $X_1 + X_2'' + X_3''$ . Tales preparaciones pueden presentarse, por ejemplo, en forma de polvos o de granulado.

5

A partir de estas preparaciones sólidas pueden prepararse los baños de impregnación para el blanqueo óptico mediante adición de agua y, eventualmente, de otros aditivos.

10

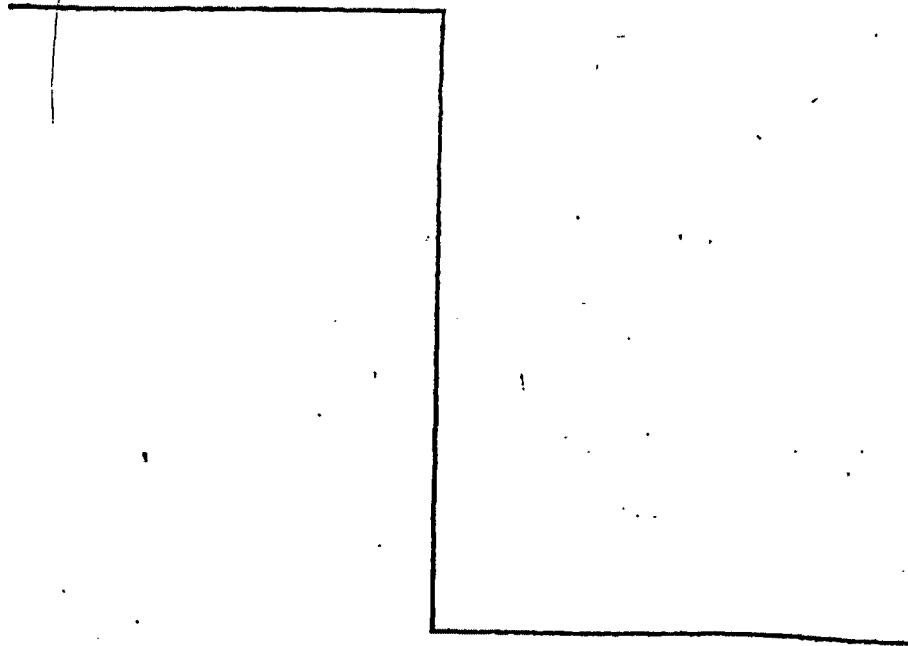
Utilizando el compuesto o compuestos de fórmula I de acuerdo con la presente invención, es posible mejorar el efecto del blanqueador óptico; añadiendo éter poliglicólico y/o urea al baño de blanqueo, se logra intensificar ulteriormente el efecto de blanqueo.

15

Los siguientes Ejemplos ilustran la invención más detalladamente.

20

25



EJEMPLO 1

Una tela de poliamida 6,6 ("Nyltest") se impregna con un baño acuoso a temperatura ambiente (con absorción de baño del 100%, calculado sobre el peso de la materia seca).

5 Composición del baño:

- 1,8 g/l de blanqueador óptico de fórmula (iii)
- 25,5 g/l de polietilenoglicol (peso molecular 400)
- 3,0 g/l de  $n\text{-C}_{13}\text{H}_{27}\text{-O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_5\text{H}$
- 0,75 g/l de 2'-etilbutilato del ácido 2-etilcaproico
- 10 0,75 g/l de fosfato tri-isobutílico
- 5,0 g/l de sulfato de hidroxilamina
- 0,5 g/l de ácido tartárico
- 2,0 g/l de fosfato monosódico.

Después de la impregnación, se seca la materia duran-  
15 te 30 segundos a 140°C y luego se la somete a termofijación por espacio de 30 segundos a 180°C. La poliamida tratada de este modo presenta un elevado grado de blanqueo óptico.

Muy buenos efectos de blanqueo óptico pueden conse-  
guirse asimismo procediendo tal como descrito anteriormente pero  
20 empleando 1,08 g/l de un compuesto de fórmula (iv) en lugar del compuesto de fórmula (iii) arriba utilizado; o bien empleando 5,0 g/l de sulfato de hidracina o clorhidrato de semicarbacida en lugar del sulfato de hidroxilamina utilizada más arriba en el Ejemplo 1.

25 EJEMPLO 2

Una tela de poliamida 6,6 ("Nyltest") se impregna con un baño acuoso a temperatura ambiente (con absorción de baño del 100%, calculado sobre el peso de la materia seca).

Composición del baño:

- 2,8 g/l de blanqueador óptico de fórmula (ii),
- 20,0 g/l de polietileno-glicol (peso molecular 400)

- 2,5 g/l de  $n\text{-C}_{13}\text{H}_{27}\text{-O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_5\text{H}$
- 0,6 g/l de 2'-etilbutilato del ácido 2-etilcaproico
- 0,6 g/l de fosfato tri-isobutílico
- 1,0 g/l de sulfato sódico
- 5,0 g/l de sulfato de hidroxilamina
- y 6,2 g/l de urea.

Se ajusta el baño a pH 3 con un agente generador de ácidos habitual. Después de impregnar, se seca la materia durante 30 segundos a 140°C y luego se la somete a termofijación por espacio de 30 segundos a 180°C.

EJEMPLO 3 (preparación líquida)

Se obtiene una preparación de blanqueador concentrada, estable, mezclando homogéneamente los siguientes componentes:

- 10 partes en peso de blanqueador óptico de fórmula (i)
- 5 partes en peso de urea
- 5 partes en peso de sulfato de hidroxilamina ( $2\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$ )
- 25 partes en peso de polietileno-glicol (peso molecular 400)
- 4 partes en peso de éter n-tridecanol-pentaetileno-glicólico,
- 1 parte en peso de fosfato tri-isobutílico
- y 50 partes en peso de agua desmineralizada.

Del mismo modo se obtienen preparaciones de blanqueador concentradas, estables, reemplazando las 10 partes en peso de blanqueador de fórmula (i) arriba utilizadas por la misma cantidad de un blanqueador óptico que contiene grupos sulfo y que corresponde a una de las fórmulas (ii), (iii), (vi), (vii), (viii), (ix), (x) o (xi).

EJEMPLO 4 (preparación sólida)

Una preparación de blanqueador sólida se obtiene mezclando juntamente o molturando los componentes siguientes:

30 partes en peso de blanqueador óptico de fórmula (vi)  
5 partes en peso de sulfato de hidroxilamina  
5 partes en peso de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$   
y 50 partes en peso de urea.

5 La citada preparación puede obtenerse asimismo mediante atomización de una correspondiente solución acuosa.

Preparaciones de blanqueador sólidas se obtienen similarmente si, en lugar de las 30 partes del blanqueador óptico de fórmula (vi) arriba empleadas, se utiliza la misma cantidad de  
10 cualquiera de los blanqueadores de fórmula (i) a (iii), (vii), (viii), (ix), (x) o (xi).

#### EJEMPLO 5

Un género de poliamida 6,6 ("Nyltest") se impregna con un baño acuoso a temperatura ambiente (con absorción de  
15 baño del 100%, calculado sobre el peso de la materia seca).

Composición del baño:

1,0 g/l de blanqueador óptico de fórmula (ix)  
20,0 g/l de polietileno-glicol (peso molecular 400)  
2,5 g/l de  $n\text{-C}_{13}\text{H}_{27}\text{-O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_5\text{H}$   
20 0,6 g/l de 2'-etilbutilato del ácido 2-etilcaproico  
0,6 g/l de tri-isobutil fosfato  
5,0 g/l de sulfato de hidracina  
y 6,2 g/l de urea.

Se ajusta el baño a pH 3 mediante la adición de un  
25 agente liberador de ácidos convencional. Después de impregnar, se seca el género a 140°C durante 30 segundos y luego se lo somete a fijación a 180°C por espacio de 30 segundos.

Se consigue un buen efecto de blanqueo.

Resultados similares se obtienen si, en lugar del  
30 sulfato de hidracina arriba empleado, se utilizan 5 g/l de clorhidrato de semicarbacida o bien 5 g/l de sulfato de hidroxilamina.

Las siguientes preparaciones de la invención pueden utilizarse para los baños de impregnación destinados a emplearse en el procedimiento de la invención.

Preparación 1:

5 (particularmente apropiada para baños de blanqueo de débil concentración, por ejemplo de 2 a 11 g/l de blanqueador + urea).

0,66 partes en peso de blanqueador óptico  
1,32 partes en peso de urea  
y 2-5 partes en peso de un compuesto de fórmula I.

10 Al utilizar la preparación arriba descrita, conviene añadir 10 a 17 partes en peso de un éter poliglicólico o de una mezcla de éteres poliglicólicos.

Preparación 2:

15 (particularmente apropiada para baños de blanqueador de concentración fuerte, por ejemplo de 11 a 20 g/l de blanqueador + urea).

6,6 partes en peso de blanqueador óptico  
13,2 partes en peso de urea  
y 5-8 partes en peso de un compuesto de fórmula I.

20 Al utilizar la preparación arriba citada, conviene añadir 30 a 35 partes en peso de un éter poliglicólico o de una mezcla de éteres poliglicólicos.

Preparación 3:

25 3,6 partes en peso de blanqueador óptico  
7,3 partes en peso de urea  
y 5,0 partes en peso de un compuesto de fórmula I.

Al utilizar tal preparación, conviene añadir 20 a 25 partes en peso de un éter poliglicólico o de una mezcla de éteres poliglicólicos.

Preparación 4: (preparación líquida)

- 2,4 partes en peso de blanqueador óptico
- 1,0 partes en peso de urea
- 1,0 partes en peso de un compuesto de fórmula I,
- 5 6,0 partes en peso de éter policíclico o de una mezcla de éteres poliglicólicos
- y 9,0 partes en peso de agua.

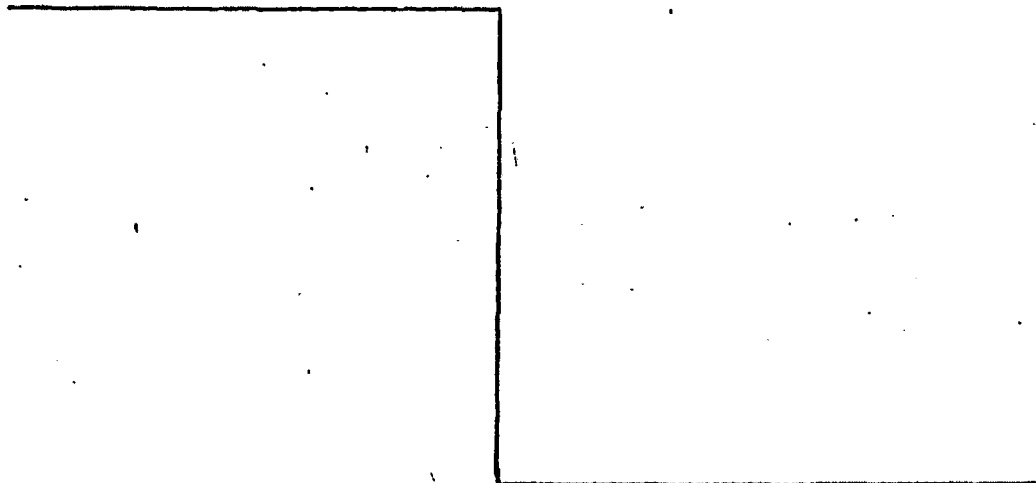
Preparación 5: (preparación líquida)

- 10 12,0 partes en peso de blanqueador óptico, por ejemplo de fórmula (iii)
- 5,0 partes en peso de urea
- 5,0 partes en peso de sulfato de hidroxilamina
- 25,5 partes en peso de polietilenoglicol (peso molecular 400)
- 1,5 partes en peso de isononilfenoldecaglicoléter
- 15 1,5 partes en peso de bencilato del ácido benzoico
- 49,5 partes en peso de agua.

En resumen la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

20

25



1

REIVINDICACIONES

1.- Un procedimiento para el blanqueo óptico de sustratos de poliamida sintética sólo o en mezcla, que consiste en:

5

a) impregnar el sustrato con una proporción del blanqueador óptico comprendido entre 0,001 % y 5%, calculado sobre el peso del sustrato a blanquear, a un pH comprendido entre 2,5 y 5, a una temperatura comprendida entre 10 y 40° C y en presencia de un compuesto o mezcla de compuestos de fórmula (I):

10



en la que R significa -OH, -NR<sub>1</sub>R<sub>2</sub> ó -NHC-NHR

X significa O, S o HN

15

y R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> significan, cadauna independientemente de la otra, hidrógeno, alquilo que contiene de 1 a 6 átomos de carbono, o hidroxialquilo que contiene de 2 a 4 átomos de carbono,

20

los compuestos son en forma de bases libres o en forma de sales de adición de ácidos, o cuando R significa -OH, en forma de ácido-O-sulfónico,

b) someter el sustrato impregnado procedente de la etapa anterior a un tratamiento térmico a una temperatura de 95° C como mínimo

25

2.- Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:

1 UN PROCEDIMIENTO PARA EL BLANQUEO OPTICO DE SUSTRATOS DE  
POLIAMIDA SINTETICA SOLA O EN MEZCLA.

5 Todo conforme queda descrito y reivindicado  
en la presente memoria descriptiva que consta de veintidos  
páginas mecanografiadas.

Madrid, 8 febrero 1.977

BERNARDO UNGRIA

P.P.



10

15

20

25

