

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



CONCEDIDA

11	NUMERO	460545	10	A1
12	FECHA DE PRESENTACION			

Case 1-10594/++

PATENTE DE INVENCION

13	PRIORIDADES:	14	FECHA	15	PAIS
16	NUMERO	17	9 Julio 1976	18	Suiza
	8830/76				

19	FECHA DE PUBLICIDAD	20	CLASIFICACION INTERNACIONAL	21	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C07C		

22 TITULO DE LA INVENCION

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN AGENTE ACLARADOR DE MATERIALES TEXTILES ORGANICOS"

23 SOLICITANTE (S)

CIBA-GEIGY AG

DOMICILIO DEL SOLICITANTE:

BASILEA (Suiza)

24 INVENTOR (ES)

Dr. Franz Günter  
Dr. Claude Eckhardt

25 TITULAR (ES)

CIBA-GEIGY AG

26 REPRESENTANTE

D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

UNE A-4 MOD. 3106

UTILICÉSE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

20 JUN. 1976

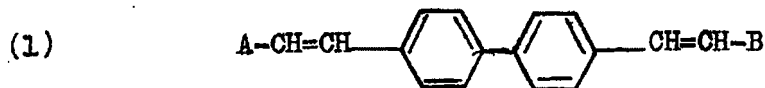
POOR QUALITY

DESCRIPCION

Este invento se refiere a nuevos agentes aclaradores, así como a agentes de lavado que contienen tales aclaradores.

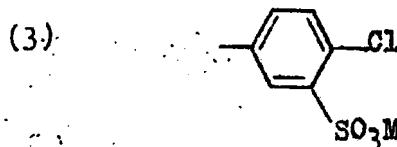
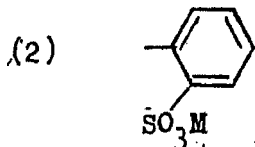
5. Se conocen por la literatura, por ejemplo por la patente británica 1.247.934, el 4,4'-bis-(2-sulfoestiril)-bifenilo y, por la patente francesa 2.168.210, el 4,4'-bis-(4-cloro-3-sulfoestiril)-bifenilo. Por la declaración de patente holandesa 70-13268 se han dado a conocer también combinaciones de 4,4'-bis-(estiril)-bifenileno con otros aclaradores ópticos. En el cuadro de tales combinaciones de aclaradores, los agentes aclaradores especiales conformes a este invento han demostrado ser extraordinariamente aptos, sobre todo en el aspecto de la capacidad de rendimiento.

10. El agente aclarador conforme a este invento se caracteriza por contener a lo menos dos aclaradores de la fórmula



20. en la que

A y B significan, independientemente uno de otro, un radical de la fórmula

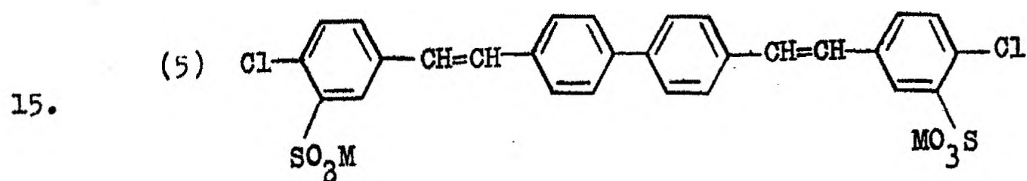
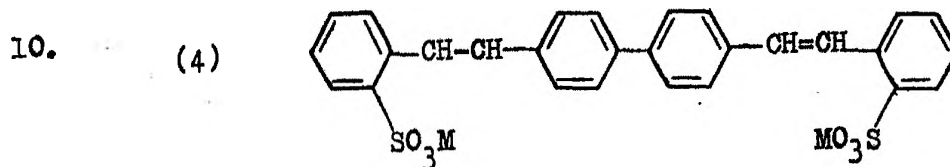


25.

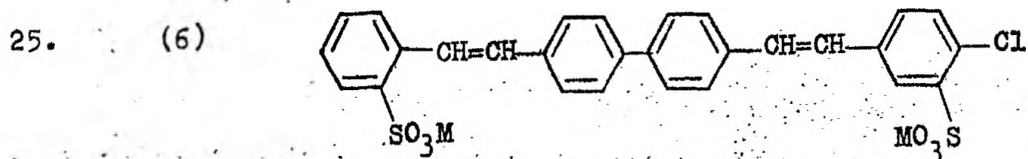
donde M representa hidrógeno o un ión de amonio, de metal alcalinotérreo, de sal amínica o, preferentemente, de metal alcalino,

5. y eventualmente un detergente de los corrientes en el comercio.

En el caso de que los radicales A y B tengan el mismo significado, o sea cuando los aclaradores corresponden a las fórmulas

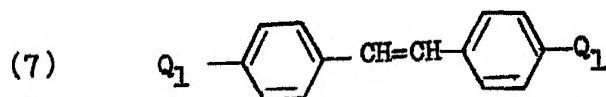


20. se hallan contenidos en el agente aclarador en relación (4):(5) de 1:9 a 9:1, preferentemente de 1:4 y sobre todo de 1:2. Sin embargo, en un aclarador así conforme al invento puede hallarse también contenido entre 15 y 50 % en peso, respecto al agente aclarador, de aclarador de la fórmula



En las fórmulas (4), (5) y (6), M tiene el mismo significado que se le ha asignado antes.

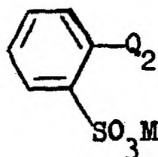
El compuesto de la fórmula (6) puede sintetizarse por métodos ya de sí conocidos; así, por ejemplo, mediante reacción de un equivalente molar de un compuesto de la fórmula



con un equivalente molar de cada uno de los compuestos de la fórmula

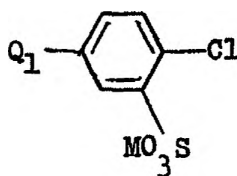
10.

(8)



15.

(9)



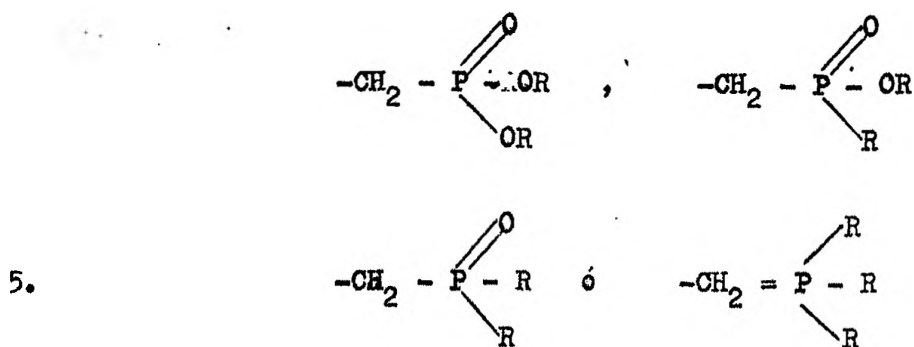
donde

M tiene el mismo significado que se le ha asignado antes y uno de los símbolos

20.

Q<sub>1</sub> y Q<sub>2</sub>

significa un grupo -CHO, mientras el otro significa una de las agrupaciones de las fórmulas



en las que R representa un radical, insubstituido o substituido, de alquilo, arilo, cicloalquilo o aralquilo.

10. Dado que en esta condensación se originan normalmente mezclas de los compuestos (4), (5) y (6) que sólo pueden resolverse fatigosamente, es conveniente para la aclaración emplear estas mezclas directamente.

15. Los nuevos agentes aclaradores que aquí se han definido manifiestan en estado disuelto o finamente dividido una fluorescencia más o menos marcada. Se los emplea por lo tanto de acuerdo con el invento para la aclaración óptica de materiales orgánicos sintéticos o naturales.

20. Cabe mencionar aquí, a título de ejemplos y sin que la reseña que sigue implique limitación alguna al respecto, las fibras textiles de los grupos siguientes de materiales orgánicos, en cuanto atañe a la aclaración óptica de ellas:

25. a) Poliamidas asequibles por abertura del anillo como productos de polimerización; por ejemplo, las del tipo de la policaprolactama.

- b) Poliamidas asequibles como productos de policondensación a base de compuestos difuncionales o polifuncionales con grupos condensables; como el adipato de hexametilendiamina.
5. c) Materiales orgánicos textiles naturales, de origen animal o vegetal; por ejemplo a base de celulosa o proteínas, como el algodón o la lana, el lino o la seda.

10. Los materiales orgánicos para aclarar ópticamente pueden hallarse en diferentes estados de elaboración, aunque preferentemente pertenecen a los fabricados textiles acabados. Pueden hallarse, por ejemplo, en forma de veta de extrusión, filamentos textiles, hilos, torcidos, vellón de fibra, fieltros,
15. tejidos textiles, vendajes textiles o géneros de punto.

20. Los agentes aclaradores que aquí se han definido tienen especial importancia para el tratamiento de los tejidos textiles. El tratamiento de los substratos textiles se efectúa con ventaja en medio acuoso en el que los agentes aclaradores ópticos en cuestión se hallen en forma finamente dividida (suspensiones, las llamadas microdispersiones, eventualmente soluciones). Eventualmente pueden añadirse para el tratamiento agentes dispersantes, estabilizadores, humectantes y otros agentes auxiliares.
- 25.

El tratamiento se realiza de ordinario a temperaturas de unos 20 a 140° C, por ejemplo a la tem-

peratura de ebullición del baño o alrededor de ella (unos 90° C). Para el ennoblecimiento según este invento de los substratos textiles entran también en cuenta soluciones o emulsiones en disolventes orgánicos, tal como se practica en la tintorería industrial con la llamada tintorería con disolventes (aplicación de fular-termofijación, método tintóreo de extracción en máquinas teñidoras).

Los nuevos agentes aclaradores ópticos utilizables según este invento pueden aplicarse en las formas de empleo siguientes, por ejemplo:

5. a) En mezclas con los llamados "carriers", con humectantes, suavizadores, imbibidores, antioxidantes, antiactínicos, estabilizadores térmicos y blanqueadores químicos (blanqueos de clorito, aditivos para baños de blanqueo).
10. b) En mezclas con reticuladores y aprestantes (por ejemplo, con almidón o aprestos sintéticos), lo mismo que en combinación con los más diversos procedimientos de refinación textil, en particular aprestos de resinas sintéticas (por ejemplo, aprestos contra el arrugamiento, como "wash-and-wear", "permanent-press" y "no-iron"), aprestos ignífugantes, aprestos suavizadores del tacto,
15. aprestos desprendedores de la suciedad ("anti-soiling"), aprestos antiestáticos o aprestos antimicrobianos.
- 20.
- 25.

c) Como aditamentos a diferentes jabones y detergentes.

d) En combinación con otras sustancias de acción aclaradora óptica.

5. Si el procedimiento de aclaración se combina con métodos de tratamiento textil o de refinación, el tratamiento combinado puede efectuarse en muchos casos más ventajosamente valiéndose de preparados estables correspondientes que contengan los compuestos aclaradores ópticos en concentración tal que se consiga el efecto aclarador deseado.

10. En ciertos casos se suscita la plena acción de los agentes aclaradores por medio de un tratamiento posterior. Este puede consistir, por ejemplo, en un tratamiento químico (por ejemplo, con ácido), un tratamiento térmico (por ejemplo, con calor) o un tratamiento combinado termoquímico.

15. La cantidad de los nuevos agentes aclaradores ópticos que cabe emplear según este invento, en relación al material que se haya de aclarar ópticamente, puede variar dentro de amplios límites. Ya con cantidades muy pequeñas, en ciertos casos por ejemplo de  $\sim,03$  % en peso, es posible lograr un efecto evidente y duradero. Pero también pueden emplearse cantidades hasta un  $0,5$  % en peso.

20. Para la mayoría de las necesidades prácticas interesan preferentemente cantidades entre  $0,05$  y  $0,5$  % en peso respecto al material que se ha de aclarar.

25.

- Los nuevos aclaradores ópticos son aptos también especialmente como aditamentos para los baños de lavado o para detergentes industriales y domésticos, a los que pueden añadirse de diversas maneras. A los baños de lavado se añaden convenientemente en forma de sus soluciones en agua o en disolventes orgánicos, o también en distribución fina, como dispersiones acuosas. A los detergentes domésticos o industriales se añaden ventajosamente, ellos o sus componentes, en cualquier fase del proceso de fabricación de los detergentes; por ejemplo, a la llamada "lechada", antes de la pulverización del polvo detergente, o durante la preparación de combinaciones líquidas de detergente. La adición puede llevarse a cabo tanto en forma de una solución o dispersión en agua o en otros disolventes como sin agente auxiliar, en forma de polvo de aclarador seco. Por ejemplo, se pueden mezclar, amasar o moler los aclaradores con las sustancias de actividad detergente y agregarlos así al polvo detergente listo. Pero también se los puede rociar, disueltos o dispersos previamente, sobre el detergente listo.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- En calidad de detergentes entran en cuenta las mezclas conocidas de sustancias de actividad detergente, como por ejemplo jabones en forma de recortes y de polvos, materias sintéticas, sales solubles de semiésteres de ácido sulfónico y alcoholes grasos superiores, ácidos arilsulfónicos superiores y/o plurisustituidos por alquilo,
- 25.

**POOR  
QUALITY**

- ésteres sulfocarboxílicos de alcoholes medianos hasta superiores, acilaminoalquil- o acilaminoaril-glicerín-sulfonatos de ácido graso, ésteres fosfóricos de alcoholes grasos, etc. En calidad de materias estructurales
5. (o sea las llamadas "builders") entran en cuenta, por ejemplo, los polifosfatos y polimetafosfatos alcalinos, los pirofosfatos alcalinos, las sales alcalinas de la carboximetilcelulosa y otros inhibidores de la redposición de la suciedad, los silicatos alcalinos, los
10. carbonatos alcalinos, los boratos alcalinos, los perboratos alcalinos, el ácido nitrilotriacético, el ácido etilendiaminotetraacético y estabilizadores de la espuma como las alcanolamidas de ácidos grasos superiores. Por otra parte, en los agentes de lavado pueden estar contenidos, por ejemplo, agentes antiestáticos, agentes
15. reengrasadores para la protección de la piel (como la lanolina), enzimas, agentes antimicrobianos, perfumes y colorantes.

- Los nuevos agentes aclaradores tienen la
20. ventaja especial de ser eficaces aún en presencia de desprendedores de cloro activo, como el hipoclorito, y de poderse emplear, sin merma importante de los efectos, en baños de lavado con detergentes no fonógenos (por ejemplo, ésteres alquifenolpoliglicólicos). Así-
25. mismo en presencia de perborato y activadores (como, por ejemplo, tetraacetilglicolurilo o tetraacetiletilendiamina) son muy estables estos agentes aclaradores tanto en los polvos detergentes como en los baños de lavado.

- Los agentes aclaradores conformes a este invento se añaden en cantidades de 0,005 a 2 % o más, y preferentemente de 0,03 a 0,5 %, respecto al peso de detergente listo, líquido o pulverulento. Los baños de lavado que contienen las cantidades indicadas de los agentes aclaradores ópticos de este invento confieren en el lavado a los géneros textiles de fibras de poli-amida, de fibras de celulosa muy refinada, de lana, etc., un aspecto brillante a la luz del día.
- 5.
10. Resultados semejantes se logran también si se utiliza el compuesto de la fórmula (5) junto con el aclarador ácido 4,4'-bis-[4-fenil-v-triazol-(2)-il]-estilben-2,2'-disulfónico o con sus sales.
- El tratamiento de lavado se realiza así,
15. por ejemplo:
- Los géneros textiles en cuestión se tratan durante 1 a 30 minutos, a temperatura de 5 a 100° C y preferentemente de 25 a 100° C, en un baño de lavado que contiene 1 a 10 g/kg de un detergente compuesto,
20. estructurado, y 0,05 a 1 % (respecto al peso de detergente) de los agentes aclaradores reivindicados. La relación de líquido puede ser de 1:3 a 1:50. Después del lavado, se enjuaga y se seca como de costumbre. El baño de lavado puede contener, como aditamento para el
25. blanqueo, 0,2 g/litro de cloro activo (por ejemplo, en forma de hipoclorito) o bien 0,1 a 2 g/litro de perborato sódico.

- Los agentes aclaradores conformes a este invento pueden aplicarse también a partir de un baño de enjuague con un "carrier". Para ello se incorpora el agente aclarador (que contiene como "carrier" alcohol polivinílico, almidón, copolimerizados a base de acrílo o derivados de formaldehído-urea o respectivamente etilen- o propilen-urea, por ejemplo) en cantidades de 0,005 a 5 % o más, preferentemente de 0,2 a 2 %, respecto al agente de enjuague. Tales agentes de enjuague que contienen los aclaradores de este invento confieren, empleados en cantidades de 1 a 100 cc y preferentemente de 2 a 25 cc por litro de baño de enjuague, efectos de aclaración brillantes a los más diversos tipos de géneros textiles tratados.
5. En los ejemplos que siguen, los porcentajes son siempre porcentajes en peso. Los puntos de fusión y de ebullición no están corregidos, mientras no se advierta otra cosa.
- 10.
- 15.

Ejemplo 1

20. Con agitación y expulsión del aire mediante nitrógeno se disuelven a 40° C en 500 cc de sulfóxido de dimetilo 28,9 g de ácido 4-clorobenzaldehído-3-sulfónico, sal sódica (contenido: 92,4 %), 24,5 g de ácido benzaldehído-2-sulfónico, sal sódica (contenido: 93,7 %) y
25. 40,6 g de 4,4'-bis-(dimetilfosfonometil)-bifenilo (contenido: 98 %). En el curso de 15 minutos se añaden 14,6

g de metilato sódico (contenido: 96,1 %) mientras por refrigeración con hielo se mantiene la temperatura entre 40 y 45° C. Se agita todavía por una hora a temperatura de 40 a 45° C la suspensión que ha resultado

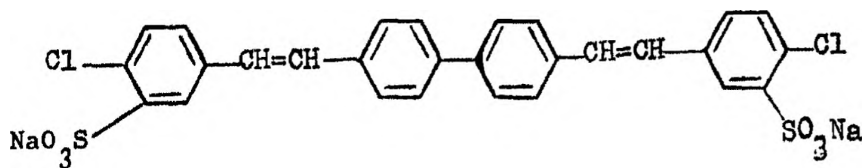
5.

y luego se la vierte en 5000 cc de agua desalada de 90° C. Después de agregar 1000 g de cloruro sódico, se deja enfriar, removiendo, hasta la temperatura del ambiente, se separa por succión el producto que ha cristalizado, se le lava neutramente con unos 3000 cc

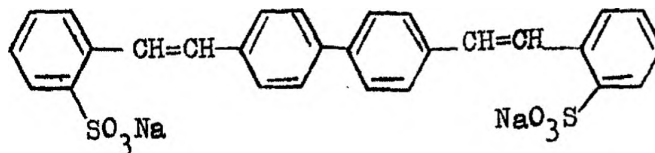
10.

de una solución de 100 g de cloruro sódico en 1000 cc de agua desalada y se le seca en vacío a temperatura de 100 a 110° C. Se obtienen así 59,4 g de una mezcla de los productos siguientes:

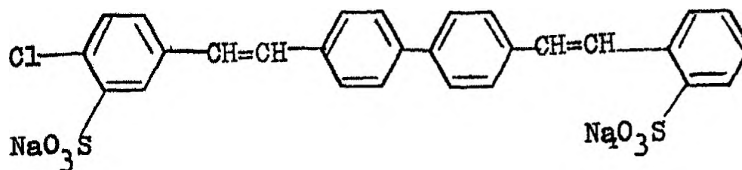
15.



20.



25.



con un contenido de cloruro sódico de 5,8 %.

Ejemplo 2

5. Con relación de líquido de 1:20 se lava durante 15 minutos en un baño caliente a 50° C que contiene por litro 0,05 g de un agente aclarador constituido por los aclaradores de las fórmulas (4) y (5), en relación de peso de 1:2, y 4 g de un detergente de la composición siguiente:

10. 15,7 % de sulfonato de alquilarilo,  
3,7 % de sulfonato de alcohol graso,  
2,7 % de monoetanolamida de ácido de coco,  
39,0 % de tripolifosfato sódico,  
4,0 % de silicato sódico,  
2,0 % de silicato de magnesio,  
1,0 % de carboximetilcelulosa,  
15. 0,5 % de ácido etilendiaminotetraacético (EDTA),  
sal sódica,  
6,7 % de agua y  
hasta 100 % sulfato sódico,  
una tela de algodón blanqueado.

20. Se enjuaga luego el tejido durante 2 minutos bajo agua fría del grifo.

Este tratamiento se repite una, tres y diez veces con el mismo tejido, pero actuando cada vez con solución de lavado fresca (como la descrita antes).

25. Después del décimo lavado se enjuaga el tejido igual que antes y a continuación se le seca a 60° C en el secador de aire durante 20 minutos.

El tejido así tratado muestra un evidente efecto de aclaración, con buena resistencia a la luz.

El agente aclarador empleado se prepara por molturación de los aclaradores de las fórmulas (4) y (5) en un molino de bolas, hasta homogeneidad.

5.

### Ejemplo 3

Con buena agitación, se prepara en un mortero una lechada acuosa de la composición siguiente:

10.           8 % de sulfonato de dodecibenceno, sal sódica,  
              2 % de sulfonato de alcohol graso, sal sódica,  
              1,3 % de monoetanolamida de ácido de coco,  
              19,5 % de tripolifosfato sódico,  
              2 % de silicato sódico,  
              1 % de silicato de magnesio,  
15.           0,5 % de carboximetilcelulosa,  
              0,2 % de ácido etilendiaminotetraacético, sal  
                  sódica,  
              12 % de sulfato sódico,  
              0,1 % del producto preparado en el Ejemplo 1 y  
20.           53,4 % de agua.

25.           Se vierte esta lechada en una cubeta de porcelana, se la seca durante 3 horas en una cámara secadora a unos 80° C y con presión de 400 a 500 Torr, se la afloja y se vuelve a secar durante 3 horas a 80° C, con presión de 200 a 300 Torr.



6,5 % de agua y hasta  
100 % sulfato sódico.

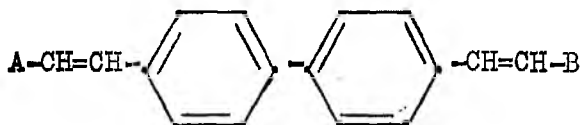
5. Si con este agente de lavado se trata tal como se ha descrito en el Ejemplo 3 y en las mismas condiciones un tejido de algodón, el tejido tratado muestra un efecto evidente de aclaración, con buena resistencia a la luz.

= . =

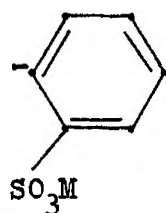
N O T A

10. Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 8830/76 del 9 Julio de 1976.

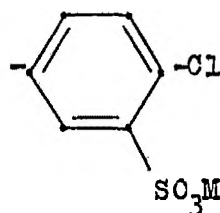
15. 1. Procedimiento para la preparación de materiales orgánicos aclarados ópticamente, en especial materiales textiles de algodón, poliamidas y lana, caracterizado por combinarse los citados materiales con proporciones comprendidas entre 0,005 y 2% en peso, respecto al material orgánico, de un agente aclarador óptico formado por  
20. a lo menos dos compuestos estirilbifenilénicos de la fórmula general



25. en la que  
A y B significan, independientemente uno de otro, un radical de la fórmula

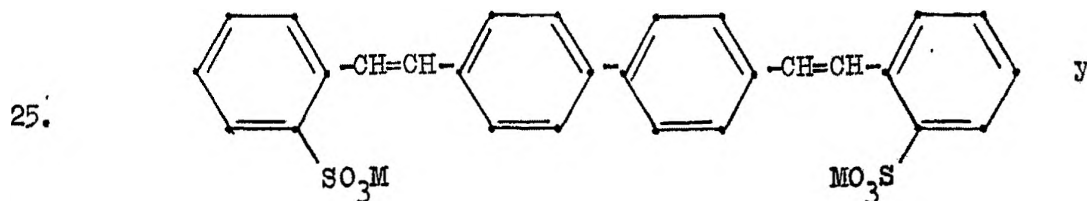


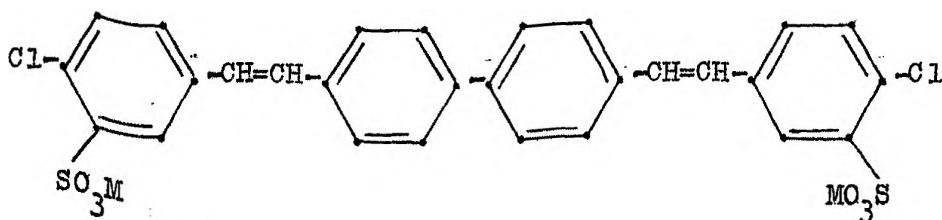
ó



5. donde M representa hidrógeno o un ión de amonio, de metal alcalinotérreo, de sal amónica o de metal alcalino, en cuya realización, el material orgánico se trata con las citadas proporciones del aclarador, en cualquier estado de elaboración, aunque preferentemente en forma de acabado, con un baño acuoso que eventualmente comporta un detergente, a temperaturas entre 20° y 140°C y suscitando opcionalmente la plena acción del agente aclarador mediante un tratamiento posterior de tipo químico (ácido), térmico ó combinado térmico-químico.
- 10.
- 15.

2. Procedimiento, según la reivindicación anterior, caracterizado porque en una forma preferente de realización el agente aclarador óptico que se combina con los materiales orgánicos está formado por una relación 1:4 y más especialmente 1:2, de dos de los compuestos estirilfenilénicos según la fórmula general, respectivamente con las estructuras





5. donde M tiene el mismo significado dado en la reivindicación 1,

3. Procedimiento para la preparación de materiales orgánicos aclarados ópticamente.

10. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 19 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 8 de Julio de 1977

P.a.

J A I M E I S E R N  
P. P.

Firmado: JOSE F. NIETO