



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



(11) Número de publicación: **2 316 862**

(51) Int. Cl.:

**D06L 3/12** (2006.01)

(12)

### TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **03796069 .7**

(96) Fecha de presentación : **01.12.2003**

(97) Número de publicación de la solicitud: **1570122**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **07.09.2005**

(54) Título: **Mezclas de agentes de blanqueo fluorescentes.**

(30) Prioridad: **10.12.2002 EP 02406084**

(73) Titular/es: **Ciba Holding Inc.**  
**Klybeckstrasse 141**  
**4057 Basel, CH**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.04.2009**

(72) Inventor/es: **Donzé, Jean-Jacques;**  
**Meyberger, Marie;**  
**Milde, Michael;**  
**Papendick, Volker y**  
**Zelger, Josef**

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.04.2009**

(74) Agente: **Isern Jara, Jorge**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Mezclas de agentes de blanqueo fluorescentes.

5 La presente invención se refiere a mezclas de agentes de blanqueo fluorescentes (ABF) basados en diciano-1,4-bis-estiril-bencenos y bis-benzoxazoles.

Los agentes de blanqueo fluorescentes se usan frecuentemente en forma de mezclas de dos o más componentes, ya que estas mezclas producen un mayor grado de blanqueo que la suma los componentes por separado.

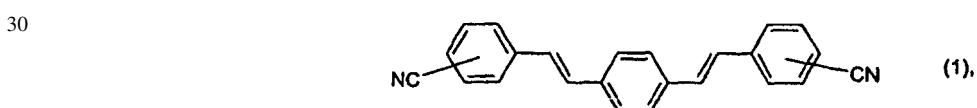
10 Así por ejemplo la patente GB 2200660 describe mezclas de 2,3'-, 2,4'- y 4,4'-diciano-1,4-bis-estirilbenceno, aunque la composición está restringida por el método de preparación, mientras que la patente US 5695686 describe mezclas asimétricas parecidas que contienen otros isómeros, debido también al proceso de preparación.

15 Según la patente EP 44 996 también pueden lograrse altos grados de blancura usando mezclas de bis-benzoxazoles específicos.

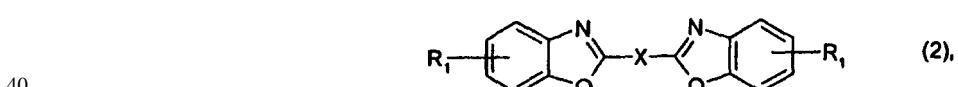
20 La patente EP-A-0 030 917 revela abrillantadores fluorescentes formados por compuestos de bis-estirilbenceno, un proceso para su preparación y el uso de estos abrillantadores fluorescentes para el blanqueo fluorescente de materiales textiles, preferiblemente a base de poliéster.

25 La composición de estas mezclas de ABF es importante, no solo respecto a su efecto blanqueador, sino también en cuanto al tono, que puede ser más o menos azulado, rojizo o verdoso, lo cual es de suma importancia para el usuario final.

Ahora se ha encontrado sorprendentemente que se obtienen altos grados de blancura, con tonalidad azulada especialmente deseada, partiendo de mezclas de agentes de blanqueo fluorescentes que contienen 13 hasta 17% en peso de un compuesto de fórmula

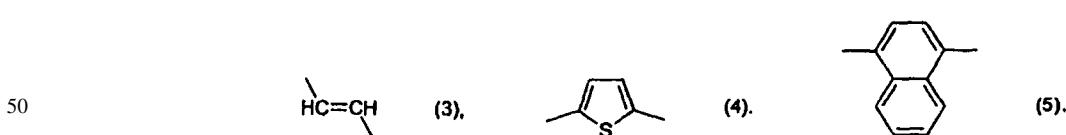


35 y 83 hasta 87% en peso de uno o más compuestos de fórmula



donde R<sub>1</sub> representa hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, arilo C<sub>5</sub>-C<sub>14</sub> o aralquilo C<sub>6</sub>-C<sub>24</sub> y

45 X es un radical divalente de fórmula (3), (4) o (5)



También son de especial interés las mezclas que llevan 14 hasta 16% en peso del compuesto de fórmula (1) y 84 hasta 86% en peso del compuesto de fórmula (2).

55 Los compuestos de fórmula (1) y (2) son ABF bien conocidos y pueden adquirirse en el comercio o prepararse mediante métodos corrientes.

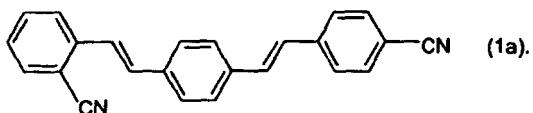
60 Como alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> para R<sub>1</sub> cabe mencionar, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, sec-butilo, terc-butilo, amilo, terc-amilo (1,1-dimetilpropilo), n-pentilo, neopentilo, y n-hexilo.

Son ejemplos de arilo C<sub>5</sub>-C<sub>14</sub> fenilo, tolilo, mesitilo, isitilo, xililo, naftilo, antrilo y fenantrilo.

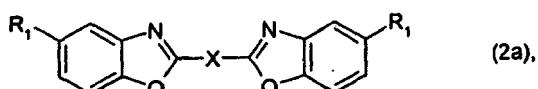
65 Como aralquilo C<sub>6</sub>-C<sub>24</sub> para R<sub>1</sub> cabe mencionar, por ejemplo, bencilo, 2-feniletilo, difenilmetilo, naftilmetilo y 2-naftiletilo.

# ES 2 316 862 T3

Las mezclas según la presente invención contienen preferiblemente un compuesto de fórmula (1a)



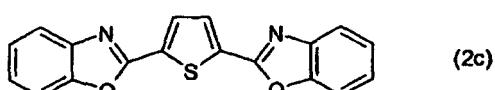
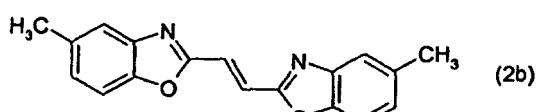
También se prefieren las mezclas conforme a la presente invención que contienen un compuesto de fórmula (2a)



15 donde R<sub>1</sub> y X son tal como se ha definido arriba.

Los compuestos preferidos de fórmula (2a) son aquellos en que R<sub>1</sub> representa hidrógeno o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>.

20 Se prefieren particularmente los compuestos de fórmula (2b) y (2c).



Otras mezclas especialmente preferidas según la presente invención contienen 13 hasta 17% en peso, sobre todo 14 hasta 16% en peso, de un compuesto de fórmula (1a) y 83 hasta 87% en peso, sobre todo 84 hasta 86% en peso, de un compuesto de fórmula (2c).

35 Asimismo es objeto de la presente invención el empleo de las mezclas de los compuestos de las fórmulas (1) y (2) para blanquear fibras sintéticas, en concreto fibras de poliéster; estas composiciones contienen una mezcla que lleva 13 hasta 17% en peso de un compuesto de fórmula (1) y 83 hasta 87% de un compuesto de fórmula (2).

40 Como es habitual con las mezclas de agentes de blanqueo fluorescentes, cada uno de los componentes puede convertirse en la forma comercial dispersándolo en un medio líquido, preferentemente agua. Esto puede llevarse a cabo dispersando los componentes individuales y combinando después las dispersiones resultantes. No obstante, también cabe la posibilidad de mezclar en sustancia los componentes individuales y dispersar luego la mezcla. La dispersión se realiza del modo habitual en molinos de bolas, molinos coloidales, molinos de perlas o similares.

45 Es de interés una composición que contenga agua, mezclas de los compuestos de las fórmulas (1) y (2), con 13 hasta 17% en peso de un compuesto de fórmula (1) y 83 hasta 87% de un compuesto de fórmula (2), y, opcionalmente, aditivos.

50 Así pues, la presente invención también ofrece composiciones abrillantadoras que llevan agua y en todo caso, respecto al peso total de la formulación, 3 hasta 25% en peso, preferiblemente 10 hasta 20% en peso, de la mezcla de agentes de blanqueo fluorescentes arriba definida y 0 hasta 60%, preferiblemente 5 hasta 50% en peso, de aditivos.

55 Como aditivos adecuados cabe citar, por ejemplo, agentes dispersantes y humectantes, anticongelantes, antiespumantes, espesantes/estabilizadores y biocidas.

Ejemplos de dispersantes aniónicos son los productos de condensación de los ácidos sulfónicos aromáticos, así como los sulfonatos de lignina, sulfonatos de alquil-ariilo, sulfonatos de alquil-difenil-óxido, sulfatos o fosfatos de alquil-fenoles etoxilados, di- o triestirilfenoles. Ejemplos de dispersantes no iónicos son los aductos de óxido de etileno 60 con alcoholos grasos, ácidos grasos superiores, alquil-fenoles, ésteres de sorbitol, di- y triestirilfenol; los copolímeros de óxido de etileno y óxido de propileno o bien los aductos de etilendiamina-óxido de etileno/óxido de propileno.

Ejemplos de espesantes/estabilizadores son los copolímeros de N-vinilpirrolidona con ácido 3-vinil-propiónico, los polivinilalcoholes o los polisacáridos no iónicos/aniónicos.

65 Todos los tipos de aditivos de formulación están descritos en los anuarios McCutcheon de Emulsionantes y Detergentes y Materiales Funcionales.

# ES 2 316 862 T3

Las mezclas de la presente invención y las composiciones que las contienen sirven para blanquear materiales textiles hechos de fibras sintéticas, en particular las de poliésteres lineales. No obstante estas mezclas y composiciones también se pueden usar para blanquear mezclas que lleven poliésteres lineales.

- 5 Las mezclas de la presente invención se usan según los métodos normalmente empleados para la aplicación de agentes de blanqueo fluorescentes, como por ejemplo teñido por agotamiento en máquinas de tinción o termofijación por calandrado. El tratamiento se realiza por conveniencia en un medio acuoso que lleva los compuestos finamente divididos en forma de suspensiones, microdispersiones o, dado el caso, soluciones. Si es conveniente pueden añadirse dispersantes, estabilizadores, humectantes y otras sustancias auxiliares durante el tratamiento. El tratamiento se realiza 10 normalmente en un intervalo aproximado de temperatura de 20°C a 140°C, con preferencia de 110 a 130°C, por ejemplo a la temperatura de ebullición del baño o cerca de ella. Si las mezclas se aplican mediante el proceso de termofijación por calandrado, es preferible que el termofijado tenga lugar a una temperatura entre 170 y 200°C.

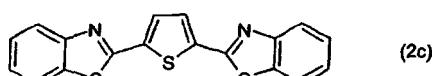
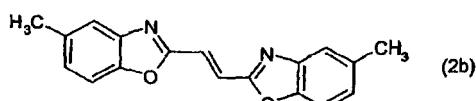
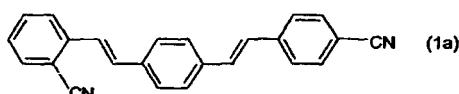
15 Las mezclas de la presente invención dan un tono azulado sin adición de colorantes matizadores.

Asimismo, los materiales tratados con las mezclas de la presente invención tienen una gran solidez a la luz, un nivel de blancura elevado y un brillo excelente.

20 Los siguientes ejemplos sirven para ilustrar la presente invención; las partes y porcentajes son en peso, a no ser que se especifique otra cosa.

## Ejemplos

25 Los tejidos de poliéster están tratados con mezclas que contienen los compuestos de las fórmulas (1a) y (2b) o (2c), respectivamente y se analiza su grado de blancura según Ganz, su solidez a la luz según la norma ISO 105-B02, su valor de tinción TV según Ganz-Griesser, la luminosidad L\* según el sistema CIELAB y el brillo B (D65) según la norma ISO 2470. Los resultados están resumidos en las tablas 1a, 1b, 2a y 2b.



## Ejemplo 1

### a) Aplicación sobre poliéster en proceso de agotamiento

Un tejido de poliéster (previamente descrujado, fijado por calor a 195°C, 165 g/m<sup>2</sup>) se trata en un aparato de tinción, a temperatura ambiente y a una relación de licor de 1:20, con un baño acuoso que contiene una mezcla de los agentes de blanqueo óptico de fórmula (1a) y (2c) en las proporciones indicadas en la tabla 1, en forma finamente dispersa y en presencia de 1g/l de un alcohol graso-poliglicoléter como agente dispersante. La temperatura se aumenta desde la temperatura ambiente hasta 130°C durante 30 minutos, se mantiene a esta temperatura otros 30 minutos y después se enfriá a 40°C durante 15 minutos. Luego el material textil se enjuaga bajo agua corriente durante 30 segundos y se seca a 70°C.

55 TABLA 1a

Mezcla ABF	Concentración	Blancura Ganz	Solidez a la luz
(2c) + (1a) (80:20)	0,09%	206	7 (comparativa)
(2c) + (1a) (85:15)	0,08%	206	7 (según la presente invención)

# ES 2 316 862 T3

## b) Aplicación sobre poliéster en proceso de termosolado por cojín

Un tejido de poliéster (previamente descruñado, fijado por calor a 195°C, 165 g/m<sup>2</sup>) se trata a temperatura ambiente según el proceso de termosolado por cojín con un licor acuoso que contiene una mezcla de los agentes de blanqueo óptico de fórmula (1a) y (2c), conforme a las proporciones indicadas en la tabla 1, en forma dispersa y en presencia de 1g/l de una sal alcalina de un alquil-éster de ácido dicarboxílico sulfonado. La absorción de licor es del 50%. A continuación, la muestra de tejido se seca durante 30 minutos a 70°C y luego se termofija durante 30 segundos a 180°C.

10

TABLA 1b

	Mezcla ABF	Concentración	Blancura Ganz
15	(2c) + (1a) (80:20)	1,20 g/l	200 (comparativa)
20	(2c) + (1a) (85:15)	1,20 g/l	207 (según la presente invención)

## 25 Ejemplo 2

(De referencia)

Un tejido de poliéster (previamente descruñado, fijado por calor a 195°C, 165 g/m<sup>2</sup>) se trata mediante el proceso de agotamiento y mediante el proceso de termosolado por cojín, respectivamente, tal como se describe en el ejemplo 1. En las tablas 2a y 2b se indica la dureza Ganz, el valor de tinción, la luminosidad y el brillo de las muestras tratadas.

35

TABLA 2a  
*Proceso de agotamiento*

	Mezcla ABF	Concentración	Blancura Ganz	TV	L*	B (D65)
40	(2c) + (1a) (80:20)	0,09%	206	0,58	97,68	111,2

45

TABLA 2b  
*Proceso de termosolado por cojín*

	Mezcla ABF	Concentración	Blancura Ganz	TV	L*	B (D65)
50	(2c) + (1a) (80:20)	1,8 g/l	200	0,84	97,36	112,3

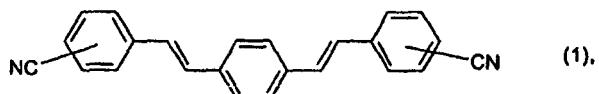
55

60

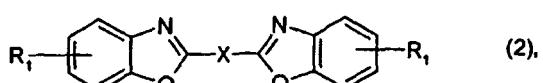
65

## REIVINDICACIONES

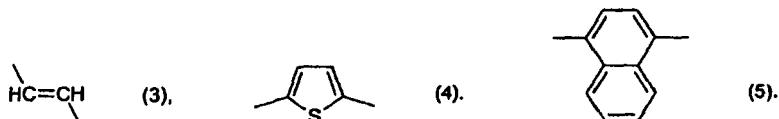
1. Una mezcla de agentes de blanqueo fluorescentes que contiene 13 hasta 17% en peso de un compuesto de  
5 fórmula



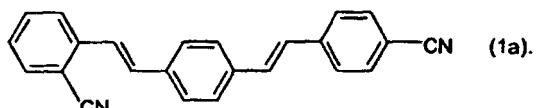
y 83 hasta 87% en peso de uno o más compuestos de fórmula



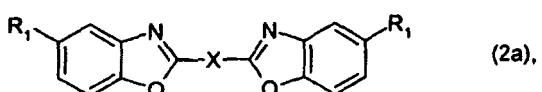
20 donde R<sub>1</sub> representa hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, arilo C<sub>5</sub>-C<sub>14</sub> o aralquilo C<sub>6</sub>-C<sub>24</sub> y X es un radical divalente de fórmula (3), (4) o (5)



30 2. Una mezcla según la reivindicación 1, que contiene un compuesto de fórmula (1a)



3. Una mezcla según la reivindicación 1, que contiene un compuesto de fórmula (2a)



donde  $R_1$  y X son como están definidos en la reivindicación 1.

4. Una mezcla según la reivindicación 3, que contiene un compuesto de la fórmula (2a) en que R<sub>1</sub> representa hidrógeno o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>

50 5. Una mezcla según la reivindicación 3, que contiene un compuesto de la fórmula (2a) en que R<sub>1</sub> representa metilo y X es un radical divalente de fórmula (3).

6. Una mezcla según la reivindicación 3, que contiene un compuesto de la fórmula (2a) en que R<sub>1</sub> representa hidrógeno y X es un radical divalente de fórmula (4).

55 7. Una composición que contiene agua, mezclas de agentes de blanqueo fluorescentes según la reivindicación 1 y opcionalmente aditivos.

8. Una composición según la reivindicación 7, que contiene agua y en cualquier caso, sobre peso total de la formulación, de 3 hasta 25% en peso, preferiblemente de 10 hasta 20% en peso de la mezcla de agentes de blanqueo fluorescentes arriba definida y 0 hasta 60%, preferiblemente 5 hasta 50% en peso, de aditivos.

9. Empleo de una mezcla según la reivindicación 1 o de una composición según la reivindicación 7 u 8, para blanquear fibras sintéticas.

65 10. Empleo de una mezcla según la reivindicación 1 o de una composición según la reivindicación 7 u 8, para blanquear fibras de poliéster.