



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 287 904**

51 Int. Cl.:
D06L 3/12 (2006.01)
B01F 3/08 (2006.01)
D06P 3/54 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **05715882 .6**
86 Fecha de presentación : **09.03.2005**
87 Número de publicación de la solicitud: **1725708**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **29.11.2006**

54 Título: **Procedimiento para el blanqueo óptico de fibras sintéticas o de fibras sintéticas en mezcla con fibras naturales.**

30 Prioridad: **11.03.2004 DE 10 2004 011 957**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.12.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.12.2007

73 Titular/es: **BASF Aktiengesellschaft
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es: **Siemensmeyer, Karl;
Weber, Dieter;
Misske, Andrea y
Heissler, Heinz**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 287 904 T3

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

Procedimiento para el blanqueo óptico de fibras sintéticas o de fibras sintéticas en mezcla con fibras naturales.

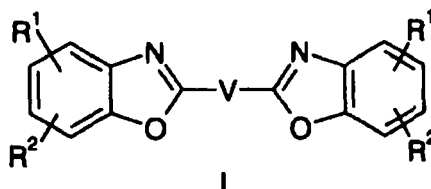
5 La presente invención se refiere a un procedimiento para el blanqueo óptico de fibras sintéticas o de fibras sintéticas en mezcla con fibras naturales, efectuándose el tratamiento de las fibras sintéticas o de las mezclas de las fibras sintéticas con las fibras naturales en un baño de tratamiento, que contiene blanqueantes ópticos, al que se ha añadido una microemulsión.

10 Se conoce un gran número de compuestos, denominados blanqueantes ópticos, debido a la propiedad que tienen para proporcionar un color blanco a los artículos textiles o a los materiales sintéticos.

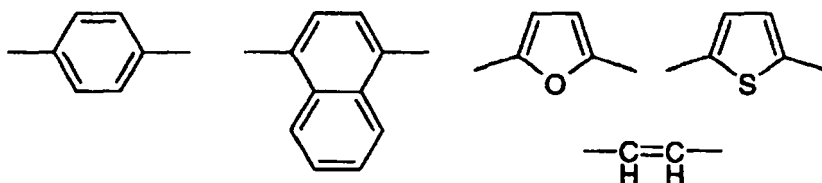
La publicación EP-A-33715 divulga una mezcla de agentes auxiliares con diversos tensioactivos y su empleo para el blanqueo óptico de materiales de fibras de poliéster.

15 La publicación EP-A-773284 divulga microemulsiones, que contienen un disolvente no soluble en agua, un tensioactivo aniónico y un ácido graso ramificado. Éstas pueden contener, adicionalmente, otros componentes tales como blanqueantes, tensioactivos no iónicos, agua y se emplean como agentes de lavado para materiales textiles.

20 La publicación EP 0 023 026 divulga compuestos de la fórmula general I



25 en la que los restos R¹ y R² pueden significar, por ejemplo, H, F, Cl, fenilo, CF₃, alquilo y un gran número de otros restos, y V se elige entre

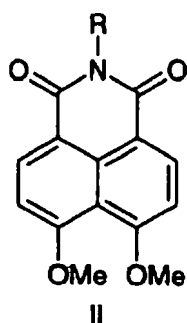


30 Un inconveniente del empleo de los compuestos de la fórmula general I como blanqueantes ópticos consiste en que su rendimiento está limitado en presencia de bajas temperaturas, es decir que se requiere mucho producto para conseguir el efecto blanqueante deseado.

35 Además, se conoce un procedimiento para el blanqueo óptico de artículos textiles, en el cual los artículos textiles se tratan con compuestos de diestirilbenzeno, como se conoce, por ejemplo, por la publicación CH-A 366 512.

40 Las publicaciones EP-A 0 023 027 y EP-B2 0.032 917, así como la literatura citada en la publicación EP-B2 0 030 917 divulgan el empleo de mezclas de dos o de varios compuestos de dicianoestirilbenzeno para el blanqueo óptico de los poliésteres.

45 La publicación DE 102 19 993 A1 se refiere a un procedimiento para el blanqueo de materiales textiles, en el que se utiliza un compuesto de la fórmula general I, que es un compuesto de dicianoestirilbenzeno y un compuesto de la fórmula general II,



50 en la que R se elige entre alquilo con 4 hasta 10 átomos de carbono.

ES 2 287 904 T3

El blanqueo óptico de los materiales textiles se lleva a cabo, en general, mediante el procedimiento digestión o bien mediante el procedimiento termosol.

5 En el caso del procedimiento termosol se foulderá, usualmente, el material textil, a ser blanqueado, con un baño acuoso, que contiene las sustancias a ser blanqueadas ópticamente, en caso dado un colorante matizador de azul o de violeta o mezclas de los mismos y, en caso dado, aditivos (véase más arriba). La absorción del baño supone, en general, desde un 30 hasta un 100%. A continuación se seca el material textil y se fija a una temperatura desde 150 hasta 200°C durante 5 hasta 60 segundos.

10 El inconveniente del procedimiento de termosol consiste en que la temperatura para la fijación de 150 hasta 210°C, especialmente desde 170 hasta 190°C, requiere un elevado aporte de energía. A estas elevadas temperaturas para la fijación, un gran número de aditivos forman humos, en caso dado, o las impurezas adheridas sobre el artículo textil, procedentes de etapas previas de tratamiento y conducen a emisiones gaseosas. A pesar de las elevadas temperaturas únicamente se consigue un blanqueo circular en el procedimiento de termosol, que queda superado en cuanto al grado
15 de blancura por el de un teñido por digestión. En el caso de mezclas de fibras químicas con fibras naturales o con fibras sintéticas de celulosa pueden producirse amarronamientos de las fibras naturales o de las fibras sintéticas de celulosa.

Otro procedimiento conocido consiste en el procedimiento por digestión, en el cual se trabaja en baños acuosos a temperaturas de 90 hasta 135°C en la mayoría de los casos.

20 En el procedimiento por digestión se dispone, por regla general, el material textil a ser blanqueado en un baño acuoso a una temperatura comprendida entre 10 y 50°C, que contiene los compuestos blanqueantes ópticos, en caso dado un colorante matizador azul o violeta o una mezcla de los mismos y, en caso dado, aditivos, por ejemplo agentes dispersantes, ácidos carboxílicos o bases y cuyo valor del pH se encuentra comprendido, en la mayoría de los casos,
25 entre 3 y 12, preferentemente entre 3 y 8. La relación del baño (relación en peso entre el material textil : baño) se encuentra comprendido en este caso entre 1 : 1,5 y 1 : 40, preferentemente entre 1 : 5 y 1 : 20. El baño se calienta a continuación, en el transcurso de 15 hasta 60 minutos, a una temperatura de 95 hasta 135°C y se mantiene a esta temperatura durante 15 hasta 60 minutos. A continuación se enjuaga el material textil blanqueado y se seca.

30 En el caso del blanqueo de poliéster o de mezclas de poliéster se utiliza, usualmente, el procedimiento ET = procedimiento a elevada temperatura. Para sobrepasar suficientemente la temperatura de inversión del color del poliéster, debe llevarse a cabo el proceso de blanqueo alrededor de los 130°C para conseguir un efecto de blanqueo suficiente en la práctica. Puesto que el blanqueo se verifica en medio acuoso, debe trabajarse en un autoclave, en un aparato a presión elevada o en una máquina a presión elevada. Como inconvenientes deben citarse el que una unidad de este tipo
35 es más cara que una unidad abierta, que es prolongado el tiempo para el calentamiento y para el enfriamiento y, por lo tanto, el tiempo de ocupación de la máquina y que es muy elevada la cantidad de energía necesaria, especialmente para el calentamiento hasta 130°C.

40 En el caso del procedimiento con soporte se añaden soportes al baño de blanqueo que reducen la temperatura de inversión del color en 30°C aproximadamente.

Los soportes son frecuentemente formulaciones a base de emulsionantes, algunas veces de disolventes y de los componentes activos. Los componentes activos son compuestos a base de derivados halogenados del benceno, líquidos,
45 de compuestos alquilaromáticos, de hidroxicompuestos aromáticos, de alcoholes aromáticos, de cetonas, de ácidos carboxílicos y de sus ésteres, de alquilftalimidias o de polietilenglicoles sustituidos y de sus ésteres. Los componentes activos más importantes son el 1,2-diclorobenceno, el 1,2,4-triclorobenceno, el 2-fenilfenol, el difenilo, el difeniléter, el benzoato de metilo, de butilo o de bencilo, el salicilato de metilo, el ftalato de dimetilo, la N-butilimida del ácido ftálico o el clorofenoxietanol.

50 El procedimiento con soportes proporciona efectos de blanqueo excelentes en tiempos de blanqueo cortos a temperaturas de blanqueo más bajas y, por lo tanto, con un menor consumo de energía. Desde luego los soportes pueden conducir a la formación de manchas. Además los soportes son frecuentemente carcinógenos.

55 Como alternativa al procedimiento con soporte, se ha desarrollado un procedimiento a baja temperatura. En este procedimiento se emplean, en lugar de los soportes cancerígenos, mezclas de tensioactivos no iónicos y de tensioactivos iónicos con ésteres de ácidos dicarboxílicos alifáticos o aromáticos. Estas mezclas no son activas para las fibras pero sin embargo aumentan la solubilidad del blanqueante en el baño de teñido y de este modo posibilitan el blanqueo ya a 98 hasta 110°C. Del mismo modo, las mezclas, constituidas por tensioactivos no iónicos y por tensioactivos iónicos con ésteres de ácidos dicarboxílicos alifáticos o aromáticos, se denominan aceleradores de la difusión, es decir
60 que aceleran la difusión del blanqueante desde el baño de teñido hasta las fibras.

El procedimiento tiene algunos inconvenientes: durante la dilución se transforman en fase hinchada los aceleradores de la difusión, lo cual influye negativamente sobre la distribución homogénea en el baño de blanqueo. El grado de blancura resultante es más bajo que en el caso del blanqueo con soporte. El efecto de blanqueo disminuye rápidamente
65 a temperaturas de blanqueo por debajo de 100°C. Aún cuando se consigan efectos de blanqueo aceptables a 98°C, el grado de blanqueo resultante a 95°C ya no cumple un gran número de requisitos. En la industria para el tratamiento de los artículos textiles no pueden conseguirse en las unidades abiertas frecuentemente temperaturas por encima de 95°C en el medio acuoso.

La tarea de la presente invención consistía en proporcionar un procedimiento de blanqueo, que pudiese ser empleado en unidades abiertas, que alcanzase grados de blancura excelentes, que estuviese exento de productos auxiliares tóxicos o cancerígenos, que evitase las heterogeneidades en el baño (especialmente debido a la fase hinchada de los tensioactivos) y que proporcionase excelentes efectos de blanqueo todavía a temperaturas próximas a los 95°C.

Esta tarea se resuelve, según la invención, por medio de un procedimiento para el blanqueo óptico de fibras sintéticas o de mezclas de fibras sintéticas con fibras naturales, mediante el tratamiento de las fibras sintéticas o de las mezclas de las fibras sintéticas con fibras naturales en un baño de tratamiento, que contiene blanqueantes ópticos, al que se ha añadido una microemulsión.

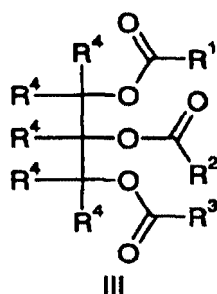
Tales microemulsiones se utilizan ya en el teñido del poliéster en forma textil como agente auxiliar para la igualación. Frecuentemente, los teñidos de poliéster en forma textil no están igualados, son irregulares, y presentan manchas. Tales defectos de igualación pueden impedirse mediante la adición de microemulsiones a las soluciones para el teñido o pueden reducirse claramente. La adición de la microemulsión estabiliza en este caso a las partículas dispersadas del colorante y controla el proceso de transporte molecular hasta las fibras y el proceso de disolución de las moléculas colorantes en las fibras de poliéster. Otra tarea de la microemulsión consiste en controlar el proceso de dilución en el momento de la preparación del baño para el teñido de tal manera, que no se obtengan estados intermedios de elevada viscosidad.

En el caso del blanqueo óptico de materiales textiles sintéticos no se presentan, usualmente, defectos de igualación o bien ya no pueden reconocerse debido a la pereza del ojo. Los agentes auxiliares para artículos textiles con efecto de igualación no son necesarios, por lo tanto, en el caso de los blanqueantes ópticos y en la práctica tampoco son empleados. Ciertamente, las macroemulsiones no tienen efecto de igualación en el caso de los blanqueantes ópticos de los materiales fibrosos sintéticos, sin embargo actúan como aceleradores de la difusión, es decir que puede reducirse la temperatura necesaria para la fijación, por ejemplo en el caso del poliéster, aproximadamente en 35°C, desde aproximadamente 130°C hasta aproximadamente 95°C, sin que se produzca por ello una reducción apreciable del grado de blancura.

Las microemulsiones, empleables según la invención, contienen tensioactivos no ionógenos, tensioactivos iónicos, solubilizantes orgánicos y agua.

Especialmente, la microemulsión empleable según la invención, contiene los componentes siguientes:

- (a) como componente A desde un 1 hasta un 40% en peso de un compuesto, que se forma mediante la reacción de un compuesto a1 de la fórmula general III



en la que R¹, R², R³ significan, independientemente entre sí, un resto alifático, aromático o aralifático;

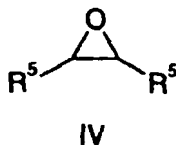
preferentemente R¹, R², R³ son restos alifáticos ramificados o no ramificados, saturados, con 1 hasta 40 átomos de carbono o son restos alifáticos, ramificados o no ramificados, insaturados, con 2 hasta 40 átomos de carbono, que pueden estar substituidos en caso dado con, al menos, un grupo funcional elegido entre el grupo formado por los grupos hidroxí, éter, amino, tio, aldehído, ceto, de ácido carboxílico, éster, amido y halógeno;

de forma especialmente preferente los restos R¹, R², R³ son, independientemente entre sí, restos alifáticos, parcialmente insaturados, con 10 hasta 25 átomos de carbono que pueden estar substituidos, en caso dado, con, al menos, un grupo hidroxí y/o con un grupo amino; de forma muy especialmente preferente todos los restos R¹, R², R³ son iguales y significan -(CH₂)₇-CH=CH-CH₂-CH(OH)-(CH₂)₄CH₃, encontrándose el doble enlace, preferentemente, en la configuración cis;

los R⁴ significan, independientemente entre sí, hidrógeno o un resto alifático con 1 hasta 15 átomos de carbono, un resto aromático con 6 hasta 15 átomos de carbono o un resto aralifático con 7 hasta 15 átomos de carbono, preferentemente R⁴ significa hidrógeno o un resto alifático lineal o ramificado, saturado, con 1 hasta 10 átomos de carbono o un resto alifático lineal o ramificado, insaturado, con 2 hasta 10 átomos de carbono, de forma especialmente preferente R⁴ significa hidrógeno;

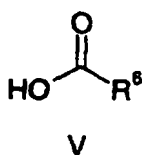
ES 2 287 904 T3

con un compuesto a2 de la fórmula general IV



10 en la que los R⁵ significan, independientemente entre sí, hidrógeno o un resto alifático con 1 hasta 15 átomos de carbono, un resto aromático con 6 hasta 15 átomos de carbono o un resto aralifático con 7 hasta 15 átomos de carbono, preferentemente los R⁵ significan hidrógeno o un resto alifático, lineal o ramificado, saturado, con 1 hasta 10 átomos de carbono o un resto alifático lineal o ramificado, insaturado, con 2 hasta 10 átomos de carbono, de forma muy especialmente preferente los R⁵ significan, independientemente entre sí, hidrógeno, metilo, etilo o propilo;

15 (b) como componente B desde un 1 hasta un 25% en peso de un compuesto, que se forma mediante la reacción de un compuesto b1 de la fórmula general V



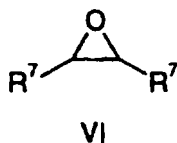
25 en la que R⁶ significa un resto alifático, aromático o aralifático;

30 preferentemente R⁶ significa un resto alifático, ramificado o no ramificado, saturado, con 1 hasta 40 átomos de carbono o significa un resto alifático ramificado o no ramificado, insaturado, con 2 hasta 40 átomos de carbono, que puede estar sustituido en caso dado con, al menos, un grupo funcional elegido entre el grupo formado por los grupos hidroxilo, éter, amino, tio, aldehído, ceto, de ácido carboxílico, éster, amido y halógeno;

35 de forma especialmente preferente el resto R⁶ significa un resto alifático parcialmente insaturado con 10 hasta 25 átomos de carbono, que puede estar sustituido en caso dado con, al menos, un grupo hidroxilo y/o con un grupo amino;

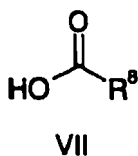
40 de una manera muy especialmente preferente el resto R⁶ significa $-(\text{CH}_2)_7-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$, encontrándose el doble enlace, preferentemente, en la configuración cis;

con un compuesto b2 de la fórmula general VI



50 en la que los R⁷ significan, independientemente entre sí, hidrógeno o un resto alifático con 1 hasta 15 átomos de carbono, un resto aromático con 6 hasta 15 átomos de carbono o un resto aralifático con 7 hasta 15 átomos de carbono, preferentemente los R⁷ significan hidrógeno o un resto alifático, lineal o ramificado, saturado, con 1 hasta 10 átomos de carbono o un resto alifático lineal o ramificado, insaturado, con 2 hasta 10 átomos de carbono, de forma muy especialmente preferente los R⁷ significan, independientemente entre sí, hidrógeno, metilo, etilo o propilo;

55 (c) como componente C desde un 1 hasta un 15% en peso de un compuesto de la fórmula general VII



65 en la que R⁸ significa un resto alifático, aromático o aralifático;

ES 2 287 904 T3

preferentemente R^8 significa un resto alifático, ramificado o no ramificado, saturado, con 1 hasta 40 átomos de carbono o un resto alifático, ramificado o no ramificado, insaturado con 2 hasta 40 átomos de carbono, que puede estar substituido, en caso dado, al menos por un grupo funcional elegido entre el grupo formado por los grupos hidroxilo, éter, amino, tio, aldehído, ceto, de ácido carboxílico, éster, amido y halógeno;

5

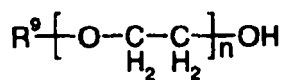
de forma especialmente preferente el resto R^8 significa un resto alifático, parcialmente insaturado con 10 hasta 25 átomos de carbono, que puede estar substituido, en caso dado, por, al menos, un grupo hidroxilo y/o por un grupo amino;

10

de forma muy especialmente preferente el resto R^8 significa $-(CH_2)_7-CH=CH-(CH_2)_7CH_3$, encontrándose el doble enlace, preferentemente, en la configuración *cis*;

(d) como componente D desde un 1 hasta un 40% en peso de un compuesto de la fórmula general VIII

15



20

VIII

en la que R^9 significa un resto alifático, aromático o aralifático;

25

preferentemente R^9 significa un resto alifático, ramificado o no ramificado, saturado, con 1 hasta 12 átomos de carbono o significa un resto alifático ramificado o no ramificado, insaturado, con 2 hasta 12 átomos de carbono, que puede estar substituido en caso dado con, al menos, un grupo funcional elegido entre el grupo constituido por los grupos hidroxilo, éter, amino, tio, aldehído, ceto, de ácido carboxílico, éster, amido y halógeno;

30

de forma especialmente preferente R^9 es un resto alifático, saturado, con 1 hasta 6 átomos de carbono, que puede estar substituido en caso dado con, al menos, un grupo hidroxilo y/o con un grupo amino;

de forma muy especialmente preferente el resto R^9 se elige entre el grupo constituido por etilo, n-propilo, n-butilo y n-pentilo;

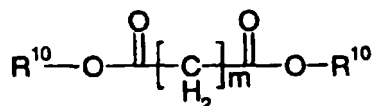
35

el valor medio de *n* en la fórmula VIII es un número entero o fraccionario positivo desde 1 hasta 10, preferentemente desde 1 hasta 8, de forma especialmente preferente desde 1 hasta 5; cuando estén presentes mezclas de los compuestos de la fórmula general VIII, el valor medio de *n* podrá adquirir un valor fraccionario.

40

(e) como componente E desde un 1 hasta un 50% en peso de un compuesto de la fórmula general IX

45



IX

50

en la que R^{10} significa un resto alifático, aromático o aralifático;

55

preferentemente R^{10} significa un resto alifático, ramificado o no ramificado, saturado, con 1 hasta 12 átomos de carbono o significa un resto alifático, ramificado o no ramificado, insaturado, con 2 hasta 12 átomos de carbono, que puede estar substituido, en caso dado, por, al menos, un grupo funcional elegido entre el grupo formado por los grupos hidroxilo, éter, amino, tio, aldehído, ceto, de ácido carboxílico, éster, amido y halógeno;

60

de forma especialmente preferente el resto R^{10} significa un resto alifático, saturado, con 1 hasta 6 átomos de carbono, que puede estar substituido en caso dado con, al menos, un grupo hidroxilo y/o con un grupo amino;

de forma muy especialmente preferente el resto R^{10} se elige entre el grupo formado por etilo, n-propilo, n-butilo y n-pentilo;

65

el valor medio de *m* en la fórmula IX es un número entero o fraccionario, positivo desde 0 hasta 10, preferentemente desde 0 hasta 8, de forma especialmente preferente desde 0 hasta 5; cuando estén presentes mezclas de compuestos de la fórmula general IX, el valor medio de *m* puede tomar un valor fraccionario,

y desde un 1 hasta un 40% en peso de agua como disolvente, dando 100 la suma de los % en peso.

ES 2 287 904 T3

Los componentes A, B, C, D y E se presentan en la microemulsión preferentemente en las siguientes proporciones:

componente A: desde un 5 hasta un 35% en peso,

5 componente B: desde un 5 hasta un 20% en peso,

componente C: desde un 1 hasta un 10% en peso,

10 componente D: desde un 5 hasta un 35% en peso,

componente E: desde un 5 hasta un 40% en peso

y desde un 5 hasta un 35% en peso de agua como disolvente,

15 dando el 100% en peso la suma de los % en peso.

De forma especialmente preferente los componentes A, B, C, D y E están presentes en la microemulsión en las siguientes proporciones:

20 componente A: desde un 10 hasta un 30% en peso,

componente B: desde un 5 hasta un 15% en peso,

25 componente C: desde un 2 hasta un 8% en peso,

componente D: desde un 10 hasta un 30% en peso,

componente E: desde un 10 hasta un 35% en peso,

30 y desde un 10 hasta un 30% en peso de agua como disolvente,

dando el 100% en peso la suma de los % en peso.

35 Las microemulsiones, empleables según la invención, pueden prepararse por mezcla de los componentes correspondientes en cualquier orden.

40 La ventaja de la microemulsión, empleada según la invención, consiste en su baja viscosidad en cualquier proporción de mezcla con agua. El producto puede emplearse por lo tanto sin problemas en las instalaciones dosificadoras. La microemulsión es absolutamente transparente. La fase oleaginoso, contenida además de la fase acuosa, está distribuida en la microemulsión de una manera tan fina, que no puede apreciarse una dispersión óptica.

45 El tamaño medio de las gotículas de la fase dispersa de la microemulsión, empleada según la invención, puede determinarse según el principio de la dispersión dinámica de la luz cuasielástica (el denominado promedio z del diámetro de las gotículas d_z del análisis unimodal de la función de autocorrelación).

El tamaño de las partículas de las microemulsiones, empleadas según la invención, se encuentra para d_z en un valor ≤ 500 nm. Preferentemente el valor para d_z se encuentra entre 50 nm y 300 nm, de forma especialmente preferente el valor para d_z se encuentra entre 50 nm y 200 nm.

50 Mediante el procedimiento según la invención es posible blanquear ópticamente entre sí el poliéster, la poliamida o mezclas de poliésteres o de poliamidas, pudiéndose presentar éstos incluso mezclados con otras fibras sintéticas o naturales.

55 Ejemplos de otras fibras sintéticas o naturales son las fibras de celulosa, las fibras de poliacrilonitrilo, las fibras de poliuretano, las fibras de acetato o las fibras de lana.

El procedimiento según la invención es especialmente adecuado para el blanqueo óptico de fibras de poliéster o de mezclas de fibras de poliéster.

60 Se entenderán por poliésteres los homopolímeros, los copolímeros, las mezclas y los injertos de los poliésteres sintéticos de cadena larga, que presenten como parte integrante esencial grupos éster recurrentes en la cadena principal del polímero.

65 En una forma preferente del procedimiento según la invención se prepararán los poliésteres, empleados según la invención, a partir de ácidos hidroxicarboxílicos aromáticos o alifáticos. Los ácidos hidroxicarboxílicos alifáticos, empleados en los poliésteres según la invención, son ácidos carboxílicos con 1 hasta 12 átomos de carbono, substituidos en caso dado con cadenas alquilo con 1 hasta 8 átomos de carbono, que contengan, además del grupo COOH, también

al menos un grupo OH. Las cadenas alquilo con 1 hasta 8 átomos de carbono, citadas, están substituidas, en caso dado, con otros grupos funcionales. Preferentemente se elegirán los ácidos hidroxicarboxílicos entre el grupo formado por el ácido 2-hidroxiacético, el ácido 2-hidroxiopropiónico, el ácido 3-hidroxiopropiónico, el ácido 4-hidroxiбутírico, el ácido 5-hidroxipentanoico, el ácido 6-hidroxihexanoico, el ácido málico, el ácido tartárico y el ácido cítrico. Los ácidos hidroxicarboxílicos aromáticos o alifáticos, que pueden ser empleados según la invención, contienen desde 7 hasta 20 átomos de carbono y, al menos, una funcionalidad hidroxil, preferentemente se emplearán en los poliésteres, empleables según la invención, el ácido orto-, meta- o para-hidroxi-benzoico.

En otra forma de realización del procedimiento según la invención los poliésteres empleables contienen diácidos y dioles.

Los diácidos, contenidos en los poliésteres según la invención, pueden ser diácidos alifáticos o aromáticos con 4 hasta 18 átomos de carbono. Preferentemente los ácidos dicarboxílicos se eligen entre el grupo formado por el ácido ftálico, el ácido tereftálico, el ácido isoftálico, el ácido naftalin-1,4-dicarboxílico, el ácido naftalin-2,3-dicarboxílico, el ácido naftalin-2,6-dicarboxílico, el ácido ciclohexanodicarboxílico, el ácido ciclohexanodiacético, el ácido difenil-4,4-dicarboxílico, el ácido succínico, el ácido glutárico, el ácido adípico, el ácido azelaico y el ácido sebáico o mezclas de los mismos.

Los diácidos especialmente preferentes, contenidos en el poliéster, se eligen entre el ácido tereftálico o el ácido dinaftálico o una mezcla de los mismos.

Los dioles, contenidos en los poliésteres, empleables según la invención, pueden ser dioles cicloalifáticos con 6 hasta 20 átomos de carbono o dioles alifáticos con 2 hasta 20 átomos de carbono. Preferentemente el diol, contenido en el poliéster, se elige entre el grupo formado por el etilenglicol, el dietilenglicol, el trietilenglicol, el 1,4-ciclohexanodimetanol, el propano-1,3-diol, el butano-1,4-diol, el pentano-1,5-diol, el hexano-1,6-diol, el 2-metilpentano-1,4-diol, el 2,2,4-trimetilpentano-1,3-diol, el hexano-1,3-diol, el 2,2-bis-(4-hidroxiciclohexil)-propano y el 2,4-dihidroxi-1,1,3,3-tetrametilciclobutano o mezclas de los mismos.

En una forma preferente de realización el poliéster, empleable según la invención, contiene etilenglicol como componente diol.

En una forma de realización especialmente preferente de la presente invención se emplearán homopolímeros de tereftalato de polietileno (PET) o mezclas de tereftalato de polietileno con otros poliésteres a modo de poliéster.

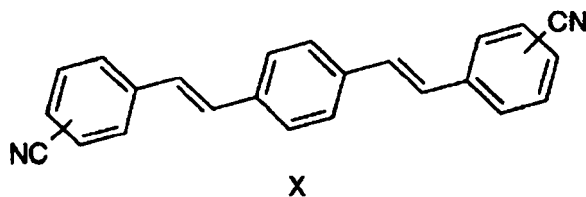
El peso molecular del poliéster, empleable según la invención, se encuentra comprendido preferentemente en el intervalo desde 2.000 hasta 50.000 g/mol. Los poliésteres, empleables según la invención, pueden presentarse con cualquier intensidad de fibras posible, así como en cualquier forma, es decir en forma de copos, de fibras, de hilos, retorcidos, tejidos de urdimbre y trama, tejidos de punto o artículos no tejidos.

La obtención de los poliésteres, empleables según la invención, se lleva a cabo según los procedimientos conocidos por el técnico en la materia, a este respecto véanse las publicaciones Encycl. Polym. Sci. Engng. 12, 1 hasta 313 y Houben-Weyl E20/2, 1405 hasta 1429, Ullmann (4.) 19,61 hasta 88.

Como blanqueantes ópticos pueden emplearse, en el procedimiento según la invención, aquellos compuestos que son ya conocidos como tales, por ejemplo, por la publicación Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5ª edición, tomo A18, páginas 156 hasta 161.

El procedimiento según la invención es adecuado de una manera muy preferente para el blanqueo óptico de las fibras de poliéster a base de PET o mezclas de PET con otras fibras sintéticas o naturales.

Preferentemente se emplearán como blanqueantes ópticos en el procedimiento según la invención los 1,4-bis-dicianoestirilbencenos de la fórmula general X



o los 1,4-bis-dicianoestirilbencenos de la fórmula general X en mezcla entre sí o con otros blanqueantes ópticos, que estén exentos de grupos iónicos, o compuestos de la fórmula general I, o compuestos de la fórmula general I en mezcla con otros blanqueantes ópticos, que estén exentos de grupos iónicos.

Los compuestos de la fórmula general I son conocidos por la publicación EP 0 023 026. Todos los compuestos, allí divulgados, son compuestos de la fórmula general I, empleables en el procedimiento según la invención.

ES 2 287 904 T3

En el procedimiento según la invención pueden emplearse todos los isómeros posibles de los 1,4-bis-dicianoestirilbencenos de la fórmula X, tales como por ejemplo orto-orto, orto-meta, orto-para, meta-meta, meta-para, para-para o mezclas de dos o de varios de ellos.

5 De manera especialmente preferente, pueden emplearse en el procedimiento según la invención el isómero orto-para, el isómero orto-meta o el isómero meta-para o mezclas de dos o de tres o de todos los isómeros entre sí o mezclas de uno, de dos o de los tres isómeros con los isómeros orto-orto o con un compuesto de la fórmula general I.

10 En el procedimiento según la invención se emplearán blanqueantes ópticos y colorantes matizadores por regla general en forma de preparaciones acuosas.

Tales preparaciones contienen, por regla general, agua y, respectivamente referido al peso de la preparación, desde un 1 hasta un 40% en peso, preferentemente desde un 2 hasta un 25% en peso, de forma especialmente preferente desde un 3 hasta un 10% en peso, de la mezcla descrita precedentemente con mayor detalle constituida por el blanqueante y el colorante matizador así como desde un 1 hasta un 60% en peso, preferentemente desde un 3 hasta un 56% en peso, de forma especialmente preferente desde un 5 hasta un 52% en peso de agentes auxiliares.

15 Los agentes auxiliares adecuados son, por ejemplo, agentes dispersantes aniónicos o no iónicos, de la clase de los aductos del óxido de etileno con alcoholes grasos, ácidos grasos superiores o alquilfenoles o aductos de etilendiamina-óxido de etileno-óxido de propileno, o los agentes dispersantes que han sido descritos en la publicación DE-A-2 745 449, los copolímeros de la N-vinilpirrolidona con el ácido 3-vinilpropiónico, agentes para la retención del agua tales como el etilenglicol, la glicerina o la sorbita o biocidas.

20 En una forma preferente del procedimiento, se empleará una preparación blanqueante que contenga, además de agua, referido respectivamente al peso de la preparación, desde un 1 hasta un 40% en peso, preferentemente desde un 2 hasta un 25% en peso, de forma especialmente preferente desde un 3 hasta un 10% en peso, de la mezcla descrita precedentemente con mayor detalle constituida por el blanqueante y el colorante matizador, desde un 1 hasta un 30% en peso, preferentemente desde un 2 hasta un 20% en peso, de forma especialmente preferente desde un 3 hasta un 12% en peso de agentes dispersantes aniónicos o no iónicos y desde un 1 hasta un 50% en peso, preferentemente desde un 1 hasta un 35% en peso, de forma especialmente preferente desde un 1 hasta un 25% en peso de otros agentes auxiliares (por ejemplo agentes para la retención del agua o biocidas).

El baño para el tratamiento, que contiene el blanqueante óptico, puede contener colorantes matizadores.

35 Los colorantes matizadores, adecuados según la invención, proceden, por regla general, de la clase de los colorantes de dispersión, de los colorantes ácidos o de los colorantes de cuba. Estas denominaciones son usuales. En el Colourindex estos colorantes han sido presentados, por ejemplo, bajo las denominaciones Disperse Blue o Disperse Violet o Acid Blue o Acid Violet o Vat Blue o Vat Violet.

40 Son especialmente adecuados los colorantes azules de la clase de las antraquinonas, de los colorantes azoicos, de los colorantes de metina, de las violantronas o de las indantronas.

En el procedimiento según la invención se empleará un baño acuoso de tratamiento, que contenga el blanqueante óptico, que presente los componentes siguientes:

- 45
- desde 0,001 hasta 1,00% en peso, preferentemente desde 0,01 hasta 0,75% en peso, de forma especialmente preferente desde 0,01 hasta 0,50% en peso de la preparación blanqueante descrita y
 - 50 - desde 0,1 hasta 5 g/l, preferentemente desde 0,3 hasta 3 g/l, de forma especialmente preferente desde 0,5 hasta 1,5 g/l de la microemulsión descrita.

El procedimiento según la invención se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 80 y 120°C, preferentemente entre 90 y 110°C, de forma especialmente preferente comprendida entre 95 y 100°C.

55 El procedimiento según la invención se lleva a cabo durante un tiempo comprendido entre 10 y 300 min, preferentemente durante un tiempo comprendido entre 20 y 200 min, de forma especialmente preferente durante un tiempo comprendido entre 30 y 120 min.

60 Además, la presente invención se refiere al empleo del baño de tratamiento según la invención, que contiene el blanqueante óptico, para el blanqueo óptico de fibras sintéticas o de mezclas de fibras sintéticas con fibras naturales.

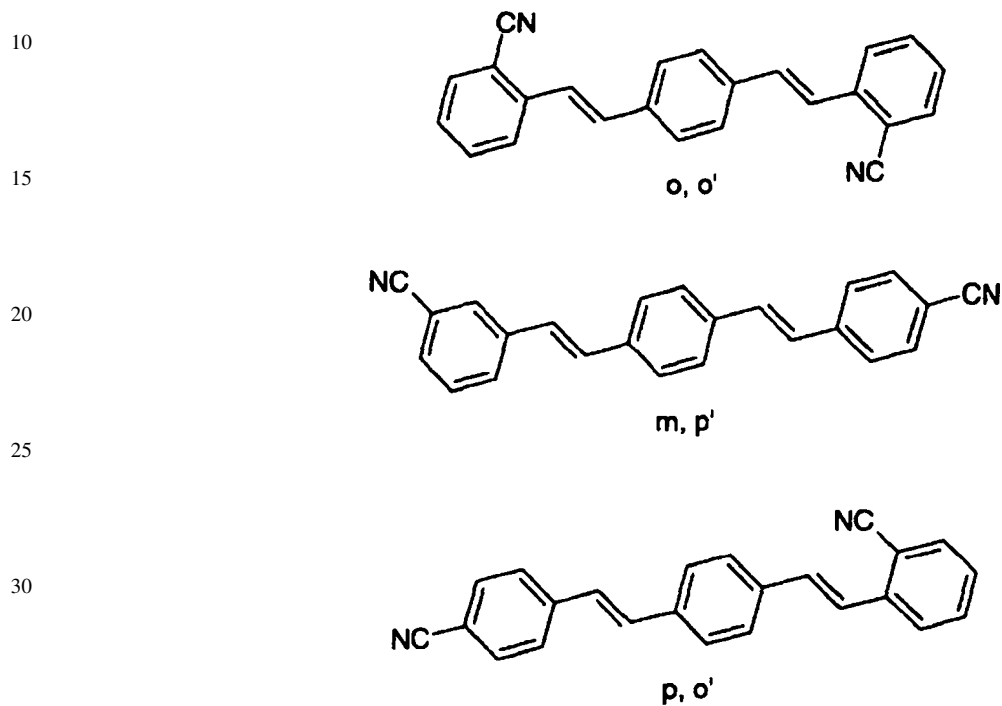
De igual modo, la presente invención se refiere a un baño de tratamiento, al que se ha añadido una microemulsión según la invención, para fibras sintéticas o para fibras sintéticas en mezcla con fibras naturales, que contiene agua, el blanqueante óptico y, en caso dado, colorantes matizadores.

65 Además, la presente invención se refiere al empleo de la microemulsión, según la invención, en baños de tratamiento, que contienen blanqueantes ópticos, para fibras sintéticas o para fibras sintéticas en mezcla con fibras naturales.

Ejemplos

Ejemplo 1

5 Se dispusieron en un autoclave 10 g de tejido de poliéster a 25°C en 100 ml de un baño blanqueante, que contenía 0,04 g de una dispersión blanqueante. La dispersión blanqueante tenía los blanqueantes ópticos siguientes



en las proporciones en peso m,p' 4%, p,o' 4%, o,o' 2%, además agentes dispersantes para los blanqueantes ópticos y agua. En este caso se dispersan, en primer lugar, los componentes blanqueantes individuales, por separado ("gef-nisht") y, a continuación, se mezclan. El baño se calentó a continuación, en el transcurso de 30 minutos, hasta 95°C y se mantuvo a esta temperatura durante otros 30 minutos. Durante este tiempo se agita el baño. A continuación se retiró el tejido del baño, se enjuagó y se secó. Para el análisis se determinó el grado de blancura óptico según CIE.

45 En el 1^{er} ensayo no se añadió ningún otro producto auxiliar.

En el 2^o ensayo se añadió un acelerador de la difusión usual 1 en una cantidad de 0,7 g/l.

En el 3^{er} ensayo se añadió otro acelerador de la difusión usual 2, igualmente en una cantidad de 0,7 g/l.

50 En el 4^o ensayo se añadieron 0,7 g/l de una microemulsión según la invención, que ha sido descrita a continuación.

El acelerador de la difusión 1 es una mezcla constituida por un etoxilato de ácido oleico con 5 unidades de EO (50% en peso) y succinato de n-butilo (50% en peso).

55 El acelerador de la difusión 2 es una mezcla constituida por un etoxilato del ácido oleico con 5 unidades de EO (45% en peso), ftalato de di-n-butilo (30%) y un etoxilato del ácido oleico con 12 unidades de EO.

60 Ambos aceleradores de la difusión son líquidos de baja viscosidad, que forman estados altamente viscosos en el momento de la dilución con agua. Por lo tanto, estos productos no son adecuados para sistemas de dosificación modernos.

65

ES 2 287 904 T3

Composición de la microemulsión empleada según la invención (en % en peso):

5	Aceite de ricino etoxilado con 40 EO	20
	Ácido oleico etoxilado con 5 EO	10
10	Ácido oleico	5
	Butildiglicol	20
15	Glutarato de di-n-butilo	25
	Agua	20

20 La microemulsión, empleada según la mezcla, se prepara por mezcla de los componentes en las cantidades indicadas, sin que el orden de adición de los componentes individuales tenga efecto sobre la actividad de la microemulsión.

25 Los grados de blancura resultante son los siguientes:

25	Sin agente auxiliar	128
30	Acelerador de la difusión 1	128,5
	Acelerador de la difusión 2	128
35	Microemulsión	133

40 Las diferencias en el grado de blancura CIE a partir de 3 unidades pueden apreciarse a simple vista y deben evaluarse, por lo tanto, como ventaja industrial.

Ejemplo 2

45 Se dispusieron en un autoclave 10 g de tejido de punto de poliéster a 25°C en 100 ml de un baño blanqueante, que contenía 0,04 g de una dispersión blanqueante. La dispersión blanqueante contenía los blanqueantes ópticos, indicados en el ejemplo 1, en las proporciones en peso m,p' 4%, p,o' 4%, o,o' 2%. El resto está constituido por los agentes dispersantes y por el agua. En este caso se dispersaron en primer lugar, por separado, los componentes blanqueantes individuales ("gefinish") y, a continuación, se mezclaron. El baño se calentó, en el transcurso de 30 minutos, hasta 90°C y se mantuvieron durante otros 30 minutos a esta temperatura. Durante este tiempo se agitó el baño. A continuación se retiró del baño el tejido de punto, se enjuagó y se secó. Para el análisis se determinó el grado de blancura óptico según CIE.

Los grados de blancura resultantes son los siguientes:

55	Sin agente auxiliar	130
	Acelerador de la difusión 1	132
60	Acelerador de la difusión 2	133
65	Microemulsión	136

ES 2 287 904 T3

Ejemplo 3

Se dispusieron en un autoclave 10 g de hilo de fibras discontinuas de poliéster a 25°C en 100 ml de un baño blanqueante, que contenía 0,04 g de una dispersión blanqueante. La dispersión blanqueante contenía los blanqueantes ópticos siguientes.

Como en el ejemplo 1

En las proporciones en peso p,o' 6%, o,o' 4%. El resto son agentes dispersantes y agua. Para ello se dispersan, en primer lugar, los componentes blanqueantes individuales, por separado ("gefinisht") y, a continuación, se mezclan. El baño se calentó a continuación, en el transcurso de 30 minutos, hasta 95°C y se mantuvo a esta temperatura durante otros 30 minutos. Durante este tiempo se agita el baño. A continuación se retiró del baño el hilo de fibras cortas, se enjuagó y se secó. Para el análisis se determinó el grado de blancura óptico según CIE.

Los grados de blancura resultantes son los siguientes:

Sin agente auxiliar	131
Acelerador de la difusión 1	134
Acelerador de la difusión 2	134
Microemulsión	137

Ejemplo 4

Se introdujeron en un autoclave 10 g de tejido de punto de poliéster/viscosa (proporción de la mezcla 50% de poliéster y 50% de viscosa) a 25°C, en 100 ml de un baño blanqueante, que contenía 0,04 g de una dispersión blanqueante. La dispersión blanqueante contenía los blanqueantes ópticos siguientes.

Como en el ejemplo 1

En las proporciones en peso m,p' 10%. El resto está constituido por los agentes dispersantes y por el agua. En este caso se dispersaron, en primer lugar, los componentes blanqueantes individuales por separado ("gefinisht") y, a continuación, se mezclaron. El baño se calentó a continuación, en el transcurso de 30 minutos, hasta 98°C y se mantuvo a esta temperatura durante otros 30 minutos. Durante este tiempo se agita el baño. A continuación se retiró del baño el tejido de punto, se enjuagó y se secó. Para el análisis se determinó el grado de blancura óptico según CIE.

Los grados de blancura resultantes son los siguientes:

Sin agente auxiliar	132
Acelerador de la difusión 1	134
Acelerador de la difusión 2	135
Microemulsión	138

Ejemplo 5

Se introdujeron en un autoclave 10 g de hilo de fibras cortas de poliéster a 25°C en 100 ml de un baño blanqueante, que contenía 0,25 g de una dispersión blanqueante. La dispersión blanqueante contenía los blanqueantes ópticos siguientes.

ES 2 287 904 T3

Como en el ejemplo 1

En las proporciones en peso 0,0' 10%. El resto está constituido por los agentes dispersantes y por el agua. En este caso se dispersaron, en primer lugar, los componentes blanqueantes individuales por separado ("gefinisht") y, a continuación, se mezclaron. El baño se calentó, en el transcurso de 45 minutos, hasta 100°C y se mantuvo a esta temperatura durante otros 30 minutos. Durante este tiempo se agitó el baño. A continuación se retiró del baño el hilo de fibras cortas, se enjuagó y se secó. Para el análisis se determinó el grado de blancura óptico según CIE.

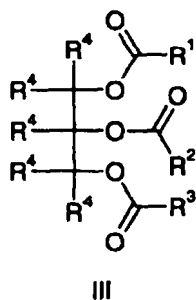
Los grados de blancura resultantes son los siguientes:

Sin agente auxiliar	123
Acelerador de la difusión 1	124
Acelerador de la difusión 2	124
Microemulsión	132

REIVINDICACIONES

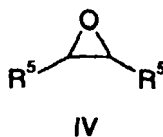
1. Procedimiento para el blanqueo óptico de fibras sintéticas o de mezclas de fibras sintéticas con fibras naturales, **caracterizado** porque las fibras sintéticas o las mezclas de fibras sintéticas con fibras naturales se tratan en un baño de tratamiento, que contiene blanqueantes ópticos, al que se ha añadido una microemulsión, conteniendo la microemulsión los componentes siguientes:

(a) como componente A desde un 1 hasta un 40% en peso de un compuesto, que se forma mediante la reacción de un compuesto a1 de la fórmula general III



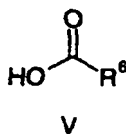
en la que R^1 , R^2 , R^3 significan, independientemente entre sí, un resto alifático, aromático o aralifático; que puede estar substituido por, al menos, un grupo funcional elegido entre el grupo formado por los grupos hidroxilo, éter, amino, tio, aldehído, ceto, de ácido carboxílico, éster, amido y halógeno; y los R^4 significan, independientemente entre sí, hidrógeno o un resto alifático con 1 hasta 15 átomos de carbono, un resto aromático con 6 hasta 15 átomos de carbono o un resto aralifático con 7 hasta 15 átomos de carbono,

con un compuesto a2 de la fórmula general IV



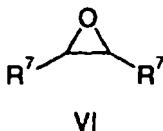
en la que los R^5 significan, independientemente entre sí, hidrógeno o un resto alifático con 1 hasta 15 átomos de carbono, un resto aromático con 6 hasta 15 átomos de carbono o un resto aralifático con 7 hasta 15 átomos de carbono;

(b) como componente B desde un 1 hasta un 25% en peso de un compuesto, que se forma mediante la reacción de un compuesto b1 de la fórmula general V



en la que R^6 significa un resto alifático, aromático o aralifático, que puede estar substituido por, al menos, un grupo funcional elegido entre el grupo formado por los grupos hidroxilo, éter, amino, tio, aldehído, ceto, de ácido carboxílico, éster, amido y halógeno;

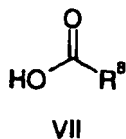
con un compuesto b2 de la fórmula general VI



en la que los R^7 significan, independientemente entre sí, hidrógeno o un resto alifático con 1 hasta 15 átomos de carbono, un resto aromático con 6 hasta 15 átomos de carbono o un resto aralifático con 7 hasta 15 átomos de carbono;

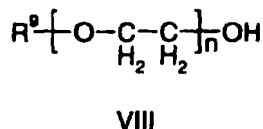
ES 2 287 904 T3

(c) como componente C desde un 1 hasta un 15% en peso de un compuesto de la fórmula general VII



en la que R^8 significa un resto alifático, aromático o aralifático;

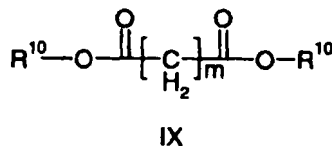
(d) como componente D desde un 1 hasta un 40% en peso de un compuesto de la fórmula general VIII



en la que R^9 significa un resto alifático, aromático o aralifático; y

el valor medio de n es un número entero o fraccionario positivo desde 1 hasta 10;

(e) como componente E desde un 1 hasta un 50% en peso de un compuesto de la fórmula general IX



en la que R^{10} significa un resto alifático, aromático o aralifático; y

el valor medio de m es un número entero o fraccionario, positivo desde 0 hasta 10;

y agua como disolvente, dando el 100 en peso la suma de los % en peso de los componentes A, B, C, D y E así como del agua, como disolvente.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el procedimiento se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 80 y 120°C.

3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado** porque se blanquean ópticamente poliésteres, poliamidas o mezclas de poliésteres o de poliamidas entre sí o con otras fibras sintéticas o naturales.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque la microemulsión contiene tensioactivos no ionógenos, tensioactivos iónicos, solubilizantes orgánicos y agua.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque el baño de tratamiento, que contiene los blanqueantes ópticos, contiene colorantes matizadores.

6. Empleo de un baño de tratamiento, que contiene blanqueantes ópticos, como los que se han definido en una de las reivindicaciones 1 a 5, para el blanqueo óptico de fibras sintéticas o de mezclas de fibras sintéticas con fibras naturales.

7. Baño de tratamiento, al que se le ha añadido una microemulsión según una de las reivindicaciones 1 a 4, para fibras sintéticas o para fibras sintéticas en mezcla con fibras naturales, que contiene agua, blanqueantes ópticos y, en caso dado, colorantes matizadores.

8. Empleo de una microemulsión, como la que se ha definido en una de las reivindicaciones 1 a 4, en baños de tratamiento, que contienen blanqueantes ópticos, para fibras sintéticas o para fibras sintéticas en mezcla con fibras naturales.