



198051

PATENTE
DE
INVENCION

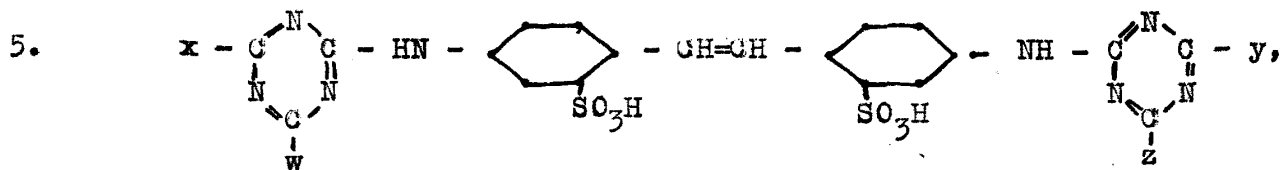
198051

Por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS DERIVADOS DEL ACIDO 4.4'-DIAMINO-ESTILBEN-DISULFONICO-(2.2')"; a favor de la firma suiza, CIBA, Soci t  Anonyme, de Basilea (Suiza).

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

El presente invento se refiere a nuevos derivados del  cido 4.4'-diamino-estilben-disulf nico-(2.2') de la f rmula general



en la cual significan

10. w un grupo amino, en el cual, a lo menos, un  tomo de hidr geno est  substituido por un radical alquilo, -oxialquilo, -alquilen-N ^{alquilo} _{alquilo}, o un radical hetero-c clico, y
- x, y y z NH₂, o el radical de una amina primaria, o secundaria, a cuyo efecto se entiende que y y z significan radicales distintos de w, si w significa el radical de una amina secundaria con 2  tomos de carbono, el radical de una
- 15.



198051

oxi- , o dioxi~~al~~quilamina, o el radical de una amina heterocíclica con más de un heteroátomo de anillo, entendiéndose además que y significa un radical distinto de una amina aromática, si w y x significan simultáneamente el radical de una dioxi~~al~~quilamina.

5.

Se llega a los compuestos de la fórmula citada al principio, si se transpone 2 moles de cloruro de cianuro, o bromuro de cianuro, en cualquier sucesión, con

a) un mol. de ácido 4.4'-diaminoestilben-disulfónico-(2.2'), o con una sal hidrosoluble del mismo;

10.

b) 1-4 moles de una alquilamina, dialquilamina, oxialquilamina, bis-(oxialquil)-amina, N'N'-dialquilalquilendiamina, o de una amina heterocíclica; y

c) 0-3 moles de amoníaco, o 0-3 moles de una amina primaria, o secundaria.

15.

Se llega a los mismos compuestos, asimismo, si se parte de un ácido 4-amino-estilben-disulfónico-(2.2') que contiene en la posición-4' un grupo transformable en un grupo amino, como un grupo acilamino, o -nitro.

20.

Si el ácido 4-nitro-4'-aminoestilben-disulfónico-(2.2') sirve como material de partida, entonces se transpone 1 mol de cloruro de cianuro, o bromuro de cianuro, con 1 mol de este ácido, o una sal hidrosoluble del mismo, y en conjunto con 1-2 moles de los compuestos mencionados más arriba bajo b) y c), reduciendo el grupo nitro del producto de condensación que se ha originado al grupo amino y transponiendo otro mol de cloruro de cianuro, o bromuro de cianuro, en cualquier sucesión con un mol del aminocompuesto, así formado, y 2-3 moles de las combinaciones citadas bajo b) y c), a cuyo efecto han de aplicarse los componentes reaccionales en la

25.

30.



198051

relación molecular dada por la prescrita constitución del producto final.

Los nuevos compuestos de la fórmula citada, así como las sales de los mismos, no tienen carácter de colorante, si bien presentan, según su constitución respectiva, una afinidad más o menos marcada para los más variados substratos, como por ejemplo, fibras vegetales y animales. En estos substratos presentan en la luz ultravioleta una fluorescencia azul, hasta violeta. Gracias a estas propiedades, resultan los productos según el invento, aptos para aumentar con material no teñido el contenido en blanco, y con material teñido, la pureza de la colocación.

Como alquilaminas, dialquilaminas, oxialquilaminas, bis-(oxialquil)-aminas, y N',N'-dialquil-alquilendiaminas, que suministran el substituyente w de la fórmula indicada al principio, entran en consideración para la transposición conforme al invento, tales con, por ejemplo, 1 - 18 átomos C. Sin embargo, resulta particularmente apropiados los representantes de bajo peso molecular de dichos compuestos que presentan cadenas de carbono con, por ejemplo, 1-4 átomos-C. Se citan la monoetanolamina, dietanolamina, propanolaminas, además la metilamina, etilamina, propilamina, butilamina, dimetilamina, dipropilamina, dibutilamina, N',N'-dimetil-etilendiamina, además, aminas con cadenas ramificadas, como la isopropilamina, isobutilamina, diisobutilamina, y aminas no saturadas, como la alilamina. De entre las aminas heterocíclicas, cuyo radical puede ocupar el sitio del substituyente w, entran en cuenta las pipercolinas, piperidina, tetrahydroquinolina, 2-aminotiazol, 5-aminotetrazol y, ante todo, la morfolina.

Las aminas primarias y secundarias que suministran



198051

5. los substituyentes x, y y z de la fórmula general reseñada al principio, pueden pertenecer a las series alifáticas, aromática, hidroaromática, aralifática, o heterocíclica. Como representantes alifáticos y heterocíclicos entran en consideración los mismos compuestos que se han mencionado arriba, como suministradores del substituyente w.

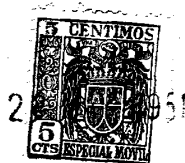
10. Las aminas aromáticas que pueden utilizarse según el invento, pertenecen a la serie de las naftalinas y, ante todo, de los benzoles. Se citan la alfa- y beta-naftilamina y sus productos de substitución nuclear, la anilina y sus derivados, como la p-cloroanilina, p-metoxianilina, o las toluidinas.

15. Como sales de los productos según el invento, entran en consideración, ante todo, las sales hidrosolubles con amoníaco o aminas, pero, de preferencia, sus sales alcalinas.

20. La preparación según el invento de los nuevos derivados del ácido 4.4'-diaminoestilben-disulfónico-(2.2') puede efectuarse, por ejemplo, de modo que se transponen 2 moles de cloruro de cianuro conforme a los métodos, generalmente conocidos, para su transposición con aminas, por ejemplo, en presencia de agua, o de mezclas de agua con disolventes orgánicos, como acetona, y, eventualmente, en presencia de sustancias tampón, o agentes que fijan ácidos, como acetato sódico, carbonatos alcalinos, o hidróxidos alcalinos, con un

25. mol de ácido 4.4'-diaminoestilben-disulfónico-(2.2'), o una sal hidrosoluble del mismo, transponiendo el ácido 4.4'-bis- $\left[2.4\text{-dicloro-1.3.5-triacil-(6)-amino}\right]$ -estilben-disulfónico-(2.2'), formado, o una sal hidrosoluble del mismo, seguidamente -eventualmente, en presencia de sustancias tampón, o

30. agentes que fijan ácidos con dos moles de una alquilamina,



198051

5. dialquilamina, con, por lo menos, 3 átomos de carbono, N'N'-
-dialquilalquilendiamina, o amina heterocíclica, con un hete
roátomo de anillo, llevando seguidamente los dos restantes
átomos de cloro con 2 moles de amoniaco, 2 moles de una de
las aminas, antes citadas, o dos moles de una amina aromáti
ca, a reacción.

De esta manera se llega a productos simétricos.

10. Si se pretende la preparación de compuestos substituí
dos asimétricamente, resulta ventajoso utilizar el ácido
4-nitro-4'-amino-estilben-disulfónico-(2.2') como material
de partida. Este es convertido, de modo conocido, por conden
sación con cloruro de cianuro, en el ácido 4-nitro-4'-2.4-di
cloro-1.3.5-triacil-(6)-amino⁷estilben-disulfónico-(2.2'), de
15. pués de lo cual es substituído, a lo menos, uno de ambos áto
mos de cloro por reacción con los compuestos citados al prin
cipio bajo b) y c).

20. Igualmente se puede substituir uno o dos átomos de
cloro del cloruro de cianuro, primero, por reacción con 1-2
moles de los compuestos indicados bajo b) y c), y efectuar
solamente entonces la condensación con el ácido 4-nitro-4'-
-amino-estilben-disulfónico-(2.2').

25. Seguidamente es traspuesto el grupo nitro del product
de condensación, así obtenido, por reducción, por ejemplo,
con hierro, en presencia de un ácido, en el aminogrupa, y ég
te, de su parte, es ulteriormente substituído del modo análo
go como va descrito más arriba para el otro grupo amino, a
cuyo efecto deben llevarse, juntamente, a transposición en
conjunto, a lo menos, 1 mol. de los compuestos indicados bajo
b) y, en conjunto, 4 moles de los compuestos mencionados bajo
30. b) y c), debiendo aplicarse los componentes reaccionales en



198051

la proporción molecular dada por la constitución determinada del producto final.

5, La preparación de productos asimétricos, no obstante, resulta posible, asimismo, partiendo del ácido 4.4'-diamino-estilben-disulfónico-(2.2'), de modo que éste es transpuesto, primero, con 2 moles de cloruro de cianuro, después de lo cual, el producto de condensación obtenido, es llevado a reacción con un conjunto 4 moles de los compuestos indicados bajo b) y c). Además, aún resulta posible, asimismo, transponer el cloruro de cianuro en cualquier sucesión del modo determinado por la constitución del producto final, primero, con los compuestos citados al principio bajo b) y c), y hasta entonces con ácido 4.4'-diamino-estilben-disulfónico-(2.2')

10. Los dos métodos mencionados en último lugar, conducirán, en general, a mezclas de diversos productos que, no obstante, presentan esencialmente las mismas propiedades, como los compuestos puros. Para las reacciones arriba descritas, puede utilizarse, en lugar del cloruro de cianuro, asimismo, el bromuro de cianuro.

15. Entre las combinaciones que pueden obtenerse con arreglo a los procedimientos antes reseñados, de la fórmula mencionada al principio, se citan los siguientes: Productos, en los cuales w y z, por una parte, y x y y, por la otra, tienen el mismo significado, como por ejemplo, el ácido 4.4'-bis- $\sqrt{2}$ -etilamino-4-o-cloroanilino-1.3.5-triacil-(6)-amino-estilben-disulfónico-(2.2'), ácido 4.4'-bis- $\sqrt{2}$ -etilamino-4-clorohexilamino-1.3.5-triacil-(6)-amino-estilben-disulfónico-(2.2'), o ácido 4.4'(-bis- $\sqrt{2}$ -etilamino-4-dietilamino-1.3.5-triacil-(6)-amino-estilben-disulfónico-(2.2')).

20. Productos conforme al invente, son también tales, en

25.

30.



198051

los que w, x, y y z simbolizan el mismo radical amino, por ejemplo, el radical de la etilamina; además, tales en que w, y z significan el mismo radical, y x e y simbolizan radicales distintos entre sí y de w; además, productos en los que w, x y z, significan el radical de la misma amina, e y un radical distinto del mismo. Para todas estas posibilidades de combinación que conducen a productos conformes al invento, han de tomarse en consideración las condiciones restrictivas, mencionadas al principio.

10. Finalmente, constituyen productos conformes al invento, también tales, en los cuales w, x, y y z significan radicales de 4 diferentes aminas. Entre estos productos se citan, a título de ejemplo: ácido 4- $\sqrt{2}$ -etil-amino-4-(bis-beta-oxietil-amino)-1.3.5-triacil-(6)-amino-4'- $\sqrt{2}$ -metil-amino-4-(beta-oxietil-amino)-1.3.5-triacil-(6)-amino-estilbendisulfónico-(2.2'), o ácido 4- $\sqrt{2}$ -beta-oxietil-amino)-4-metil-amino-1.3.5-triacil-(6)-amino-4'- $\sqrt{2}$ -etil-amino-4-o-anisidino-1.3.5-triacil-(6)-amino-estilbendisulfónico-(2.2').

20. El empleo de los productos nuevos, accesibles según el invento, puede tener lugar de manera que se satura el material a refinar, con soluciones, especialmente acuosas, de los compuestos reseñados, y que se seca después del centrifugado y exprimido. Así puede tratarse posteriormente, por ejemplo, artículos de lencería con los productos según el invento, particularmente después de un lavado efectuado del modo usual. Además puede tomarse recurso a los nuevos productos para el tratamiento posterior de materiales celulósicos estampados.

25. Los compuestos accesibles con arreglo al presente procedimiento, pueden llevarse a aplicación, asimismo, durante el
- 30.



198051

curso del procedimiento de fabricación de los materiales a ennoblecer, adicionándolos, por ejemplo, a una masa papelera.

De ordinario, basta con reducidas cantidades de los productos, accesibles conforme a la invención, para el logro de un refinamiento.

5.

Los compuestos, obtenibles según el presente procedimiento, pueden utilizarse, asimismo, en mezcla con materias auxiliares, como se emplean para el refinamiento de materiales fibrosos, por ejemplo, juntamente con productos de lavar

10.

(por ejemplo, juntamente con jabones, sales de productos de lavar a base de sulfonatos, como por ejemplo, bencimidazoles sulfonados, substituidos en el átomo de carbono-2 por radica-

15.

les alquilo superiores, además ésteres de ácido monocarboxílico del ácido 4-sulfoftálico con alcoholes grasos superiores, además juntamente con sulfonatos de alcoholes grasos, o productos de condensación de ácidos grasos superiores con ácidos oxi-, o -aminosulfónicos alifáticos).

20.

De esta manera resulta posible, el lavado y blanqueo simultáneos de los materiales a refinar. Una claridad particularmente marcada es lograda, si se trata, por ejemplo, de fibras vegetales no teñidas, particularmente algodón, con mezclas que contienen tales productos de lavar.

Como materiales que según el procedimiento pueden ser refinados, se citan los siguientes:

25.

Materiales naturales y artificiales conteniendo nitrógeno, como lana, seda, o fibras de poliamidas sintéticas; además materiales celulósicos, como celulosa, papel; además materiales textiles a base de algodón, lienzo, celulosa regenerada, incluyendo lana celulósica; finalmente, materiales sintéticos, producidos, por ejemplo, por polimerización. Los mejo

30.



198051

res efectos se logran, no obstante, en el presente procedimiento, sobre las fibras vegetales. El material a refinar puede estar presente en cualquier forma, por ejemplo, en forma de fibras, o igualmente como película. El material puede ser, además, por ejemplo, no teñido, teñido, o estampado.

5.

En los ejemplos siguientes, partes significan, si no se observa otra cosa, partes en peso; la proporción entre partes en peso y partes en volumen, es idéntico a la de entra kilogramo y litro. Las temperaturas están indicadas en grados Celsius.

10.

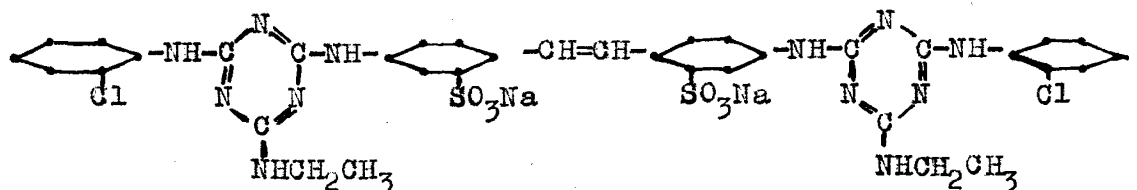
EJEMPLO 1.

A una solución de 72.7 partes de la sal disódica del ácido 4.4'-bis- $\overline{2}$ -etilamino-4-cloro-1.3.5-triacil-(6)-amino $\overline{7}$ -estilbensulfónico-(2.2') (preparado por condensación de 2 moles de cloruro de cianuro con 1 mol. de ácido 4.4'-diamino estilbendisulfónico-(2.2') y 2 moles de monoetilamina), en 700 partes de agua con adicionadas, bajo agitación, a 35-40°, 51 partes de o-cloroanilina. Seguidamente se hace subir la temperatura de la mezcla reaccional dentro de 2 horas a 80°, agitando durante 8 horas a 80-90°. A continuación se adiciona solución de carbonato sódico hasta reacción marcadamente alcalina, deja enfriar la mezcla reaccional a 15-20° y añade cloruro sódico. La sal disódica segregada del ácido 4.4'-bis- $\overline{2}$ -etilamino-4-o-cloroanilino-1.3.5-triacil-(6)-amino $\overline{7}$ -estilben-disulfónico-(2.2') de la fórmula

15.

20.

25.



30.



198051

es separada por filtración, lavada con solución de cloruro sódico y secada. Se obtiene el producto nuevo como polvo de color amarillo claro, hidrosoluble.

Si se emplea, en lugar de las 51 partes de o-cloroanilina, cantidades equivalentes de anilina, o -anisidina, p-anisidina, ciclohexilamina, monoetilamina, o dietilamina, se obtienen compuestos con similares propiedades. Los productos pueden emplearse como agentes aclaradores para materiales textiles y papel.

10.

EJEMPLO 2.

Se vierte una solución de 18.5 partes de cloruro de cianuro en 100 partes de acetona, en 200 partes de una mezcla que consiste de hielo y agua por partes iguales, haciendo pasar en la suspensión obtenida, dentro de 10 minutos, gota por gota, una solución neutralizada con hidróxido sódico de 40 partes de ácido 4-nitro-4'-amino-estilben-disulfónico-(2,2') en 400 partes de agua, a 0-5°, bajo agitación. Seguidamente se introduce, dentro de una hora, una solución de 5.5 partes de carbonato sódico, en 50 partes de agua, de modo que la mezcla reaccional acusa siempre reacción débilmente ácida hasta neutra. A la mezcla neutra, y libre de material de partida, se adiciona entonces 8 partes de solución de monometilamina al 40% acuosa, haciendo subir la temperatura dentro de, aproximadamente, una hora a 35°, agitando durante 3 horas a esta temperatura. El ácido clorhídrico que se va originando, al efecto es neutralizado por adición paulatina de una solución de 5.5 partes de carbonato sódico en 50 partes de agua. Seguidamente se adicionan 20 partes de monoetanolamina a la mezcla reaccional, aumentando la temperatura a 80° y agitando aproximadamente 6 horas a esta temperatura. El producto de condensación que se ha formado, de la fórmula

15.

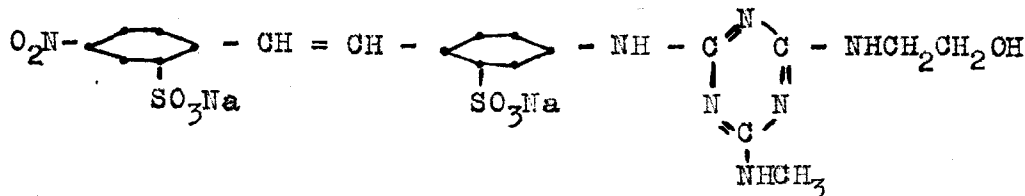
20.

25.

30.



198051



5. es segregado después del enfriamiento, por adición de cloruro sódico, filtrado, y lavado con solución de cloruro sódico. El producto, lavado a neutralidad, es entonces incorporado en una hora a 99-100° en una solución de reducción que consiste en 500 partes de agua, 66 partes de virutas de hierro, y 15 partes de ácido acético glacial. Tan pronto que haya desaparecido el cuerpo nitro, se alcaliniza la solución mediante carbonato sódico, se filtra y se segrega el ácido 4-amino-4'-[2-metilamino-4-(beta-oxietilamino)-1.3.5-triacil-(6)-amino]-7-estilben-disulfónico-(2.2'), formado, con ácido clorhídrico diluido, del filtrado, se filtra, se lava con agua hasta neutralidad y se seca.
- 10.
- 15.

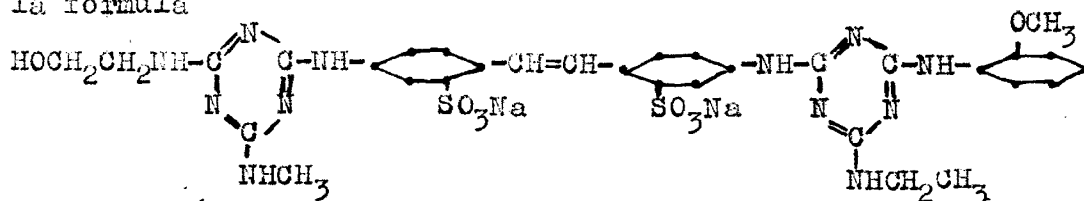
- 54 partes del producto, obtenido de este modo, son acogidas en agua, neutralizadas mediante sosa, haciendo pasar gota por gota la solución obtenida dentro de 10 minutos a 0-10° en una suspensión que se había obtenido por mezclado de 18.5 partes de cloruro de cianuro disuelto en 100 partes de acetona, con 100 partes de hielo y 100 partes de agua. El ácido clorhídrico que se va formando, es neutralizado, paulatina adición de una solución de 5.5 partes de carbonato sódico en 50 partes de agua. Seguidamente se adicionan 9 partes de solución de monoetilamina acuosa, al 50 por ciento, haciendo subir la temperatura dentro de aproximadamente una hora a 30°, agitando 4 horas a esta temperatura. El ácido clorhídrico que se va formando es neutralizado paulatina de una solución de 5.5 partes de carbonato sódico en 50 partes de agua. Entonces se agrega 23 partes de dietandl.
- 20.
- 25.
- 30.



28

98051

la fórmula



5. Es un polvo amarillento, cuyas soluciones acuosas aplicadas a un material celulósico, hacen relucir éste en luz ultravioleta con un brillo azulado.

Si se emplea, en lugar de metilamina, cantidades equivalentes de morfolina, mono-, o -dietañolamina, entonces se

10. obtienen combinaciones de propiedades similares.

Se llega a una mezcla de productos que presenta propiedades similares, como el compuesto antes descrito, si se condensa 1 mol. de ácido 4.4'-diaminoestilben-disulfónico-(2.2') con 2 moles de cloruro de cianuro, transponiendo, seguidamente,

15. el producto de condensación con 1 mol. de o-anisidina, 1 mol de metilamina, 1 mol. de etilamina y, finalmente, con 1 mol. de etanolamina.

EJEMPLO 4.

20. Hilo de algodón, no teñido, es tratado con una proporción de baño de 1 : 30, durante aproximadamente 1/4 de hora, a temperatura ambiente, en un baño que contiene por litro, 0.01 g. del producto de condensación, obtenido según el ejemplo 2. Después de lavado y secado presenta el hilo, tratado de este modo con un contenido de blanco más elevado que el

25. correspondiente material no tratado.

EJEMPLO 5.

30. Tela de lana, no teñida, es tratada con una proporción de baño de 1 : 40, durante 1/2 hora, a 40-45°, en un baño que por litro contiene 0.05 g. del producto de condensación, obtenido conforme al Ejemplo 1, y 1.25 g. de ácido fórmico. Des



198051

pués de lavado y secado presenta la lana, así tratada, un contenido de blanco más elevado que el material de partida, no tratado.

EJEMPLO 6.

5. Algodón es lavado hirviendo, con una proporción de baño de 1:40, en un baño que contiene 10 g. de un producto de lavar de la composición siguiente:

33,3 % de jabón

11,0 % de sosa calc.

10. 14,0 % de pirofosfato sódico

7,0 % de perborato sódico

3,0 % de silicato de magnesio

0,04 % del producto, obtenible según el Ejemplo 1

31.66 % de agua

15. 100 %

Después se aclara y seca.

El algodón, así tratado, presenta un aspecto más blanco que aquél que ha sido lavado con el mismo producto de lavar, pero que no contiene la adición del producto del Ejemplo 1.

20.

La invención, dentro de su esencialidad, podrá llevarse a la práctica en otras variaciones, a las que alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, realizarse, empleando los medios, proporciones, temperaturas y tiempos más necesarios para cada caso: por quedar todo é ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.

25.

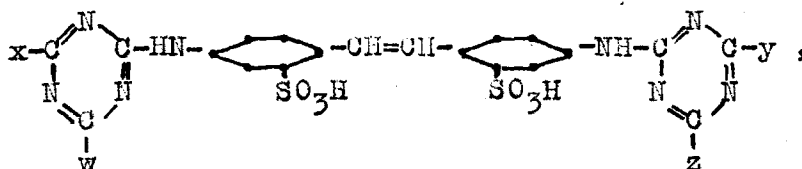
198051



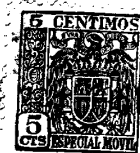
NOTA

Hecha la descripción del presente invento, se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

5. 1a.- Procedimiento para la preparación de nuevos derivados del ácido 4.4'-diamino-estilben-disulfónico-(2.2') de la fórmula general



10. en la cual significan
- w un grupo amino, en el cual, por lo menos, un átomo de hidrógeno está substituído por un radical alquilo, -oxialquilo, -alquilenos, -N^{alquilo}, o heterocíclico, y ^{alquilo}
15. x, y y z NH₂, o el radical de una amina primaria, o secundaria, con la condición de que y y z simbolizan radicales distintos de w, cuando w significa el radical de una amina secundaria con 2 átomos de carbono, el radical de una oxi-, o dioxialquilamina, o el radical de una amina heterocíclica con más de un heteroátomo de anillo y, además, con la condición de que y significa un radical distinto de una amina aromática, cuando w y x simbolizan simultáneamente el radical de una dioxialquilamina, caracterizado, porque se transpone 2 moles de cloruro de cianuro, o bromuro de cianuro, en cualquier sucesión con
- 20.
- 25.



198051

28

- a) 1 mol de ácido 4.4'-diaminoestilben-disulfónico-(2.2'), o una sal hidrosoluble del mismo;
- b) 1-4 moles de una alquilamina, dialquilamina, oxialquilamina bis-(oxi-alquil)-amina, N'N-dialquil-alquilendiamina, o amina heterocíclica; y
5. c) 0-3 moles de amoniaco, o 0-3 moles de una amina primaria, o secundaria,

a cuyo efecto han de llevarse a reacción, en suma, 4 moles de los compuestos indicados bajo b) y c), debiendo regirse la

10. determinación de los componentes reaccionales según la constitución prescrita del producto final.

2ª.- Procedimiento para la preparación de nuevos derivados del ácido 4.4'-diamino-estilben-disulfónico-(2.2'), caracterizado porque se transpone 1 mol de cloruro de cianuro

15. en cualquier sucesión con a) un mol de ácido 4-nitro-4'-amino-estilben-disulfónico-(2.2')? o una sal hidrosoluble del mismo y, en suma, 1-2 moles de los compuestos citados en la reivindicación 1ª, bajo b) y c), transformando el grupo nitro del producto de condensación que se ha originado por reducción

20. en el grupo amino, transponiendo otro mol de cloruro de cianuro en sucesión cualquiera con un mol. de aminocompuesto que se ha originado así y, en suma- 2-3 moles de los compuestos, citados en la Reivindicación 1ª, bajo b) y c), a cuyo efecto han de aplicarse los componentes reaccionales reseñados bajo

25. b) y c) en la proporción molecular dada por la constitución prescrita del producto final.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se transponen 2 moles de cloruro de cianuro o de bromuro de cianuro, en cualquier sucesión con

30. a) un mol de ácido 4.4'-diaminoestilben-disulfónico-(2.2'),

198051

28



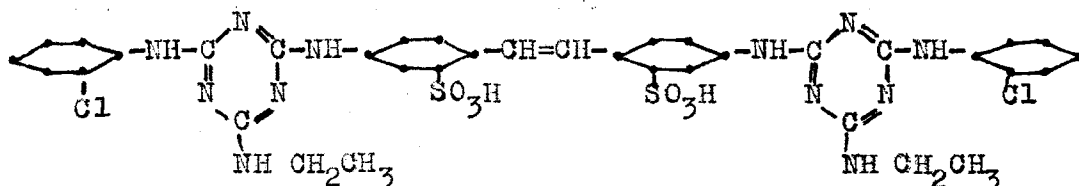
o una sal hidrosoluble del mismo;

b). 2 moles de una alquilamina, dialquilamina con, a lo menos, 3 átomos de carbono, N'.N'-dialquilalquilendiamina, o amina heterocíclica con un heteroátomo de anillo; y

5. c). 2 moles de amoníaco, 2 moles de una de las aminas, indicadas bajo b), o 2 moles de una amina aromática.

4ª.- Procedimiento para la preparación de una sal alcalina del ácido 4.4'-bis- $\sqrt{2}$ -etilamino-4-o-cloroanilino-1.3.5-triacil-(6)-amino $\sqrt{7}$ -estilben-disulfónico-(2.2') de la fórmula

10.



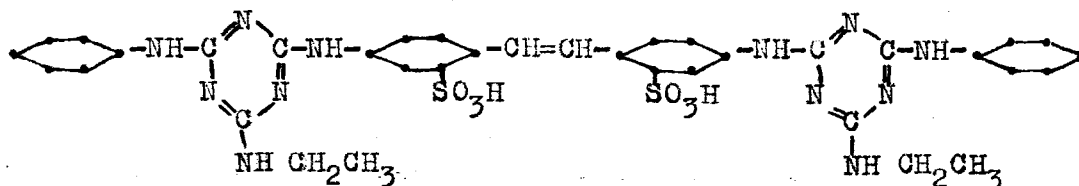
15.

según las reivindicaciones 1ª y 3ª, caracterizado porque se condensan 2 moles de cloruro de cianuro, en presencia de agua y de un agente fijador de ácidos, con 1 mol. de ácido 4.4'-diaminoestilben-disulfónico-(2.2'), seguidamente, con 2 moles de monoetilamina y, finalmente, con 2 moles de o-cloroanilina.

20.

5ª.- Procedimiento para la preparación de una sal alcalina del ácido 4.4'-bis- $\sqrt{2}$ -etilamino-4-anilino-1.3.5-triacil-(6)-amino $\sqrt{7}$ -estilbendisulfónico-(2.2') de la fórmula

25.



según las reivindicaciones de patente 1ª y 3ª, caracterizado porque se condensan 2 moles de cloruro de cianuro en presencia de agua y de un agente fijador de ácidos, con un mol de ácido 4.4'-diaminoestilben-disulfónico-(2.2'), seguidamente con

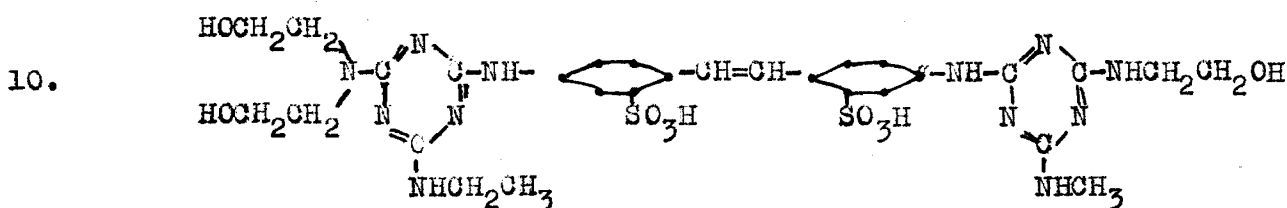
30.

198051



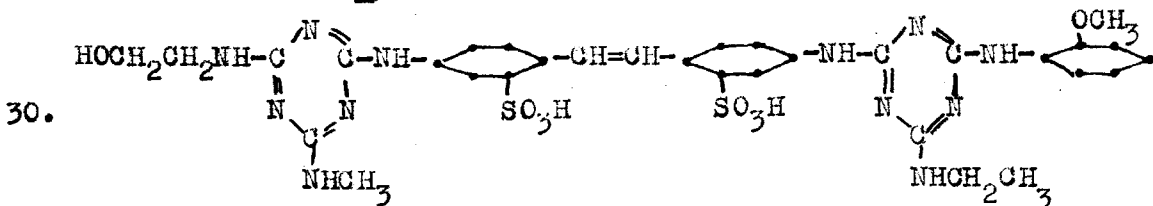
2 moles de monoetilamina y, finalmente, con 2 moles de anilina

5. 6ª.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, en el que para la preparación de una sal alcalina del ácido 4- β -etilamino-4-(bis-beta-oxi-etilamino)-1.3.5-triacil-(6)-amino-4'- β -metilamino-4-(beta-oxi-etilamino)-1.3.5-triacil-(6)-amino-estilbendisulfónico-(2.2')



15. según la reivindicación 2ª, se caracteriza porque se transpone 1 mol de cloruro de cianuro en presencia de agua y de un agente que fija ácidos con 1 mol de ácido 4-nitro-4'-aminoestilbendisulfónico-(2.2') y, seguidamente, con un mol de monometilamina y un mol de etanolamina, transformando el grupo nitro del producto de condensación que se ha originado de este modo, por reducción, en el grupo amino, transponiendo otro mol de cloruro de cianuro, en presencia de agua y de un agente fijador de ácidos, con un mol del aminocompuesto obtenido, seguidamente, con un mol de monoetilamina y, finalmente, con un mol de dietanolamina.

25. 7ª.- Procedimiento según las precedentes reivindicaciones, en el que, para la preparación de una sal alcalina del ácido 4- β -metilamino-4-(beta-oxietilamino)-1.3.5-triacil-(6)-amino-4'- β -etilamino-4-o-anisidino-1.3.5-triacil-(6)-amino-estilbendisulfónico-(2.2')



19805128



según la reivindicación 2ª, se caracteriza porque se transpone 1 mol. de cloruro de cianuro en presencia de agua y de un agente fijador de ácidos con 1 mol. de ácido 4-nitro-4'-amino-estilbendisulfónico-(2.2') y, seguidamente, con 1 mol.

5. de monoetilamina y un mol de o-anisidina, transformando el grupo nitro del producto de condensación así formado por reducción, en el grupo amino y, transponiendo otro mol de cloruro de cianuro en presencia de agua y de un fijador de ácidos con 1 mol del aminocompuesto obtenido, seguidamente, con 10. 1 mol de metilamina y, finalmente, con 1 mol de etanolamina.

8ª.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por la obtención de un producto de blanqueo óptico de, a lo menos, un producto de lavar y, por lo menos, un derivado del ácido 4.4'-diaminoestilben-disulfónico (2.2').

15.

9ª.- Procedimiento según las reivindicaciones que preceden, en el que para refinar materiales fibrosos, se aplica a los mismos, en cualquier momento de su procedimiento de fabricación o de refinamiento, compuestos según las reivindicaciones anteriores, que presentan en luz natural o en luz ultravioleta, fluorescencia azul hasta violeta y que no, o apenas, no tñen el material a tratar.

20.

10ª.-Procedimiento según la reivindicación 9ª, caracterizado porque se recurre a materiales celulósicos no teñidos, como materiales fibrosos a refinar.

25.

11ª.- Procedimiento para la preparación de nuevos derivados del ácido 4.4'-diamino-estilben-disulfónico-(2.2').

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de diecinueve hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

30.

Madrid, a 28 de mayo de 1951.-

P. a.

JAIMÉ ISERN MIRALLÉS

P. P.