



223625

C E R T I F I C A D O
D E
A D I C I O N

por "MEJORAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL N° 212386"
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE MONOTRIAZOLCOM-
PUESTOS FLUORESCENTES", a favor de J. R. GEIGY A.G., de na-
cionalidad suiza, domiciliada en BASILEA, (Suiza).

= . =

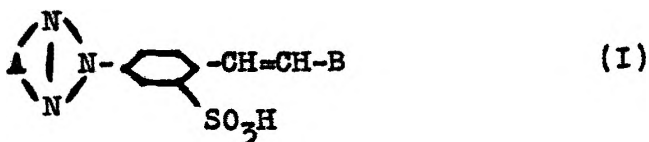
MEMORIA DESCRIPTIVA

El presente certificado de adición se refiere a me-
joras en el objeto de la patente principal n° 212386 por
"Procedimiento para la preparación de monotriazolcompuestos
fluorescentes".

5. En la Memoria de patente 212.386 están descritos 2-
-(estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazolcompuestos
correspondientes a la fórmula general I, los cuales en la
forma de sus sales hidrosolubles son apropiados como medios
aclaradores ópticos para fibras celulósicas, así como pro-
cedimientos para su preparación.
- 10.



223625



En esta fórmula significan

- A un radical de naftalina enlazado en posiciones alfa, beta vecinas con el anillo de triazol, el cual, con exclusión de grupos cromóforos y auxocromos, puede estar aún ulteriormente substituído de modo potestativo, y
5. B un radical de benceno que no debe contener ni grupos auxocromos y cromóforos, ni grupos acilamino y triacilamino intensamente positivadores, particularmente en posición orto o para con respecto al puente de etileno, pero pudiendo contener, por lo demás, igualmente aun ulteriores substituyentes usuales.
- 10.

Al efecto, se entiende por grupos auxocromos y cromóforos, tanto aquí como a continuación, los substituyentes clásicos de la teoría de los colores de Witt, por ejemplo los grupos hidroxilo, amino, alcoílo, dialcoílo, aralcoílo, cicloalcoílo o arilamino en enlace aromático, o bien los grupos nitro o el grupo arilazoico. Substituyentes admisibles en el radical de naftalina y de estilbenceno son por ejemplo, los grupos alcoílo, alcoxi, ciano, carboxilo, sulfonilo, así

15. como los halógenos.

20.

Ahora bien, al desarrollar ulteriormente el objeto de la invención, se ha encontrado que se obtiene igualmente



223625

medios aclaradores ópticos valiosos para fibras textiles o papel, si se prepara, bajo observación de las condiciones limitativas comunicadas con respecto a los grupos auxocromos y cromóforos, acilamino y triazinilamino de la fórmula ge-

5. general I, compuestos análogos, en los cuales el anillo de benceno sulfonado está modificado.

La modificación puede consistir en que este grupo de ácido sulfónico está transformado, por ejemplo sustituido por un grupo de ariléster sulfónico, el grupo sulfonamida, un grupo sulfonamida sustituido en el átomo de nitrógeno de modo alifático, aralifático, cicloalifático, aromático o heterocíclico, o acilado en el nitrógeno. Además puede consistir en que este grupo de ácido sulfónico

10. está sustituido por otro sustituyente, de preferencia por un sustituyente electrófilo, como por ejemplo el grupo carboxilo, ciano, un grupo alcoilo o arilsulfonilo o, eventualmente, asimismo por un átomo de halógeno, un grupo alcoilo o alcoxi. Bajo determinadas condiciones puede consistir también en que falta un sustituyente en posición orto con respecto al enlace de puente de etileno. También puede consistir en que, cuando ya existe en posición 2 un grupo de ácido sulfónico, está presente otro sustituyente, de preferencia en la otra posición orto con respecto al puente de etileno. Finalmente puede consistir en que están presentes varios sustituyentes admisibles, distintos del grupo
- 15.
- 20.
- 25.



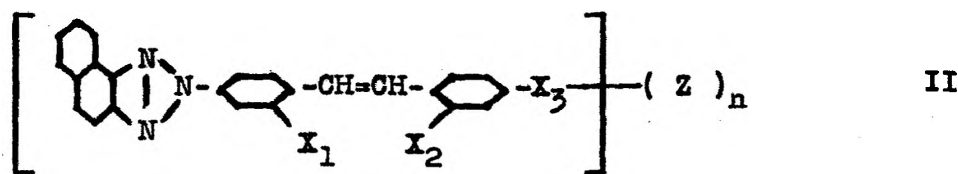
223625

- de ácido sulfónico, de los cuales a lo menos uno y, de preferencia dos, están en posición 2 con respecto al puente de etileno. Siempre que el anillo de benceno enlazado con el anillo de triazol, no presente ningún substituyente en posición orto con respecto al enlace de etileno, es condición necesaria que el anillo de benceno B esté convenientemente substituído. En este caso tiene que contener, ya sea de su parte un substituyente en posición orto con respecto al puente de etileno, de preferencia un substituyente electrófilo, como por ejemplo el grupo de ácido sulfónico, el grupo carboxilo o el grupo ciano, o un átomo de halógeno, ya sea entonces estar substituído, de preferencia negativamente, en posición para con respecto al enlace de puente de etileno, particularmente por un grupo de ácido sulfónico eventualmente modificado, o un grupo alcoílo o arilsulfonilo. La importancia de esta substitución del radical de estilbenceno se deduce del hecho que similares 2-estilbil-naftotriazolcompuestos con radical de estilbenceno no substituído no presentan ninguna, o bien sólo una fluorescencia muy reducida, insuficiente para finalidades prácticas.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

Los nuevos 2-estilbil-naftotriazolcompuestos exentos de grupos auxocromos y cromóforos, corresponden a la fórmula general II



223625



En ella, los anillos aromáticos, con exclusión de los substituyentes en el sentido de Witt que producen color y que profundizan color, así como de los grupos acilamino y triazinilamino inadmisibles en el radical estilbeno, pueden

5. estar aún potestativamente substituídos ulteriormente con substituyentes usuales, a cuyo efecto no obstante no debe haber ningún grupo de ácido sulfónico en posición X₁ como substituyente único en el anillo bencénico pertinente, valiéndose la condición ulterior de que se debe encontrar en a
10. lo menos una posición X un substituyente preferentemente electrófilo, mientras que Z significa un grupo ácido de poder hidrodisolvente bajo formación de sal, y n un número entero de 1 a 4.

15. Como grupos ácidos, de poder hidrodisolvente bajo formación de sal, entran en consideración, de preferencia el grupo de ácido sulfónico y el grupo carboxilo, eventualmente también aun grupos sulfamido acilados en el nitrógeno, como por ejemplo un grupo alcoilsulfimido de ácido sulfónico, un grupo arilsulfimido de ácido sulfónico, un grupo alcoilimido de ácido sulfónico, o un grupo aroilimido de ácido sulfónico. Pueden estar presentes, simultáneamente, di-
- 20.



22

223625

versas especies de grupos ácidos de poder hidrodisolvente, y éstos pueden encontrarse, ya sea sólo en el radical de naftalina, ya sea sólo en el radical estilbena, o simultáneamente en ambos radicales.

5. Los nuevos 2-estilbil-naftotriazolcompuestos son obtenidos con arreglo al procedimiento descrito en la patente principal, por copulación de 4-aminoestilbencompuestos, substituídos de modo apropiado, con naftalincompuestos que copulan en posición vecina a un grupo amino, y por oxidación del o-aminoazocolorante obtenido al 1,2,3-triazolcompuesto de acuerdo con métodos conocidos, a cuyo efecto los substituyentes inadmisibles en el producto final, como por ejemplo el grupo nitro o el grupo amino, asimismo pueden ser eliminados sólo posteriormente por la vía química, o ser transformados en substituyentes admisibles.
- 10.
- 15.

4-aminoestilbencompuestos utilizables en el procedimiento según la invención, son obtenibles, por ejemplo, con arreglo a los siguientes métodos:

- a) Por condensación de 4-nitrotoluencompuestos que contienen en posición 2 un substituyente electrófilo, por ejemplo un grupo de ariléster sulfónico, un grupo de sulfonamida, un grupo alcofílo o arilsulfonilo, un grupo ciano o un grupo carboxilo, con benzaldehido y sus derivados aptos para la condensación, en presencia de piperidina, según el método Thiele, a cuyo efecto el benzaldehido
- 20.
- 25.



223625

- puede estar substituído en el anillo, por ejemplo por grupos de alcoílo, alcoxilo, sulfamido, alcoilsulfonilo, de arilésteres de ácidos sulfónicos y por halógeno;
5. b) por reducción del grupo o-nitro al grupo amino, en los 2,4-dinitroestilbenos particularmente fácilmente accesibles según Thiele, partiendo de 2,4-dinitrotoluenos y benzaldehidos eventualmente substituídos en el anillo, por diazotación del grupo amino y cocción del grupo diazo en alcoholes inferiores, o según Sandmeyer en presencia de sales de cobre y reducción del grupo p-nitro al grupo amino;
10. c) a base de p-nitroanilinas diazotadas, eventualmente ulteriormente substituídas, y ácidos cinámicos, eventualmente substituídos en el anillo, con arreglo al método de Meerwein y reducción del grupo nitro al grupo amino en los 15. estilbenos obtenidos bajo disociación de nitrógeno y de ácido carbónico;
- d) por condensación de aldehidos, substituídos apropiadamente, y ácidos fenilacéticos según Pschorr, bajo disociación de ácido carbónico, a cuyo efecto el componente en 20. posición para con respecto al substituyente condensante, debe contener un substituyente transformable en grupo amino primario, por ejemplo un grupo nitro o un grupo acilamino, debiendo estar presente en posición apropiada 25. un substituyente admisible ulterior.



223625

A continuación se enumera unos ejemplos de 4-aminoestilbencompuestos, útiles en el procedimiento según la invención, a los cuales la invención, no obstante, no queda limitada de manera alguna:

5. 2-cian-4-aminoestilbeno, 2-carboxi-4-aminoestilbeno, fenil-, -o- o -p-cresiléster-2-sulfónico-4-aminoestilbeno, 2-metilsulfonil-, 2-etilsulfonil-, 2-vinilsulfonil-, 2-butilsulfonil-4-aminoestilbeno, 2-p-toluisulfonil- o 2-(2',4'- o 3',4'-xililsulfenil)-4-aminoestilbeno, 4-aminoestilben-2-
10. -sulfónico-dimetil- o -dietilamida, ácido 2-metil-4-aminoestilben-2'- o -4'-sulfónico, ácido 2-fluor- o 2-cloro-4-aminoestilben-2'- o -4'-sulfónico, ácido 2-metoxi- o 2-etoxi-4-aminoestilben-2'- o -4'-sulfónico, ácido 4-aminoestilben-2'-sulfónico, ácido 4-amino-2'-cloroestilben-5'-sulfónico,
15. ácido 4-aminoestilben-4'-sulfónico, 4-amino-2'- o -4'-metilsulfonil- o -etilsulfonilestilbeno, 4-aminoestilben-2'- o -4'-sulfónico-dimetil- o -dietilamida, ácido 6-metil-4-aminoestilben-2-sulfónico, ácido 6-cloro-4-aminoestilben-2-sulfónico, 4-aminoestilben-2-sulfónico-acetimida,
20. 4-aminoestilben-2-sulfónico-benzoilimida, 4-aminoestilben-2-sulfónico-metilsulfimida, 4-aminoestilben-2-sulfónico-bencensulfimida, 4-aminoestilben-2-sulfónico-p-cloro- o -p-metilbencensulfimida.

25. Como resulta de lo expuesto antes, los 4-aminoestilbencompuestos utilizables según la invención y, por con-



223625

siguiente los 2-estilbilnaftotriazolcompuestos según la invención, pueden contener en el radical estilbena los siguientes substituyentes admisibles:

5. a) Radicales hidrocarburo, de preferencia grupos alcoílo de bajo peso molecular y particularmente grupos metilo, pero asimismo grupos isopropilo, butilo terc. o amilo, o grupos fenilo,
10. b) grupos éter, preferentemente grupos metoxi o etoxi, pero eventualmente, asimismo grupos propoxi, butoxi, benciloxi o fenoxi,
- c) halógenos, de preferencia cloro, pero asimismo flúor o bromo,
- d) grupos carboxi y ciano, eventualmente también grupos carboxilo ulteriormente modificados, por ejemplo grupos de carboxilamida, o grupos de carboxilanilida,
15. e) grupos de ácido sulfónico y grupos de ácido sulfónico modificados, como grupos sulfonéster, por ejemplo grupos de ésteres fenílicos; o-, m- o p-cresílicos; o- o p-clorofenílicos de ácidos sulfónicos,
20. grupos de sulfonamida, por ejemplo el grupo sulfon-, -metil-, -etil-, -oxietil-, -dimetil- o -dietilamida, el grupo sulfonfenil-, -N-metil o -N-etilfenilamida, el grupo sulfopiperidida o sulfomorfolida,
25. grupos sulfonacilamida, por ejemplo el grupo sulfometilsulfimida $-SO_2-NH-SO_2-CH_3$, el grupo sulfonacetil- o -benzoil-



223625

imida $-\text{SO}_2-\text{NH}-\text{CO}-\text{R}$ ($\text{R} = \text{CH}_3$ o C_6H_5);

f) grupos sulfonilo, de preferencia grupos alcoilsulfonilo, pero asimismo, arilsulfonilo, como por ejemplo el grupo metil-, etil-, vinyl-, n-butyl-sulfonilo, el grupo p-toluil-, 2,4- o 3,4-xilil-sulfonilo.

5.

En substituyentes no admisibles que, no obstante, pueden ser fácilmente eliminados en el triazolcompuesto terminado, o ser transformados en substituyentes admisibles, los 4-aminoestilbencompuestos utilizables según la invención pueden contener, eventualmente, grupos nitro o acil-amino.

10.

Los 4-aminoestilbencompuestos utilizables según la invención, según la substitución respectiva, o son diazotados de modo indirecto, vertiendo a gotas una solución de las sales alcalinas hidrosolubles que contiene nitrito sódico sobre ácidos minerales fríos, o directamente, en presencia de disolventes orgánicos o inorgánicos inertes y ácido mineral con nitrito alcalino o ácido nitrosilsulfúrico. Como agentes intermediarios inertes de disolución entran en cuenta alcoholes inferiores, ácidos grasos o cetonas, o ácido sulfúrico concentrado.

15.

20.

Como componentes de copulación son utilizables los descritos en la patente principal, o sean 2-aminonaftalincompuestos que copulan en posición 1, como 2-naftilamina y preferentemente los ácidos sulfónicos de la misma, eventual-

25.



23025

- mente también los ácidos carboxílicos y los ácidos carboxílicos sulfonados, además los 1-aminonaftalincompuestos con posición 4 ocupada o impedida que copulan en posición 2, particularmente los correspondientes ácidos sulfónicos. Como
5. posteriores substituyentes admisibles en el radical naptalina, entran en cuenta halógenos, grupos de alcoílo, aralcoílo, alcoxilo, acilamino y sulfonamida.
- La copulación se lleva a cabo, ventajosamente, en medio débilmente ácido, a cuyo efecto se ha de elegir los
10. componentes de modo que en el producto final esté presente a lo menos un grupo ácido hidrosolubilizante bajo formación de sal.
- La oxidación de los o-aminoazocolorantes en 1,2,3-triazolcompuesto se efectúa igualmente con arreglo a métodos conocidos, descritos más detalladamente en la patente
15. principal, ya sea con hipocloritos alcalinos, ya sea con sulfato cúprico de tetramina y aire en solución acuosa o acuoso-piridínica.
- Para la purificación, los 2-estilbiltriazolcompuestos brutos, son convenientemente tratados con reductores
20. como hidrosulfito alcalino, o eventualmente descuprificados con sulfuros alcalinos, y finalmente recristalizados de agua o mezclas de disolventes orgánico-acuosas.
- Los nuevos 2-estilbilnaftotriazolcompuestos son, en
25. forma de sus sales alcalinas, polvos amarillo claros que se



22

112625

- disuelven en el agua más o menos fácilmente según su composición, dando soluciones prácticamente incoloras que presentan fluorescencia de un azul violeta al azul verdoso en la luz ultravioleta, y que poseen, en dependencia de su
5. substitución, una afinidad más o menos grande para celulosa, fibras de superpoliamida y de superpoliuretano, a las que proporcionan, ya en reducidísimas concentraciones usuales, un aspecto más blanco en la luz de día que se distingue por una notablemente buena solidez frente a oxidantes,
10. como son usuales por ejemplo en el blanqueado químico de fibras celulósicas.

Los nuevos 2-estilbil-naftotriazolcompuestos pueden ser incorporados, como los compuestos de la patente principal, en el jabón o en productos de lavar sintéticos, ser

15. utilizados en baños de lavado y aclarado, o bien en baños de blanqueo químicos que contienen hipoclorito, puesto que se distinguen por su buena solidez al cloro.

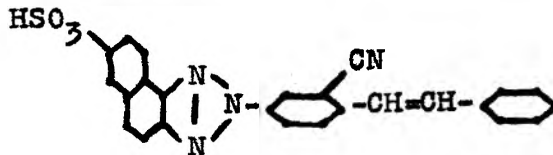
Los siguientes ejemplos dilucidan la invención, sin limitarla. Las partes son entendidas en ella, en tanto que

20. no se observa otra cosa, como partes en peso, y las temperaturas están indicadas en grados Celsius. Partes en peso están en la misma proporción a las partes en volumen, como el kilogramo al litro.



223625

EJEMPLO 1.



5. 22.0 partes de 4-amino-2-cian-estilbeno son disueltas en 300 partes de ácido acético al 80% con 25 partes de ácido clorhídrico concentrado, mezcladas con 150 partes de hielo y diazotadas a una temperatura de 5-8° con una solución acuosa de 6.9 partes de nitrito sódico. El diazocompuesto obtenido, seguidamente es copulado con una solución acuosa de la sal sódica de 22.3 partes de ácido 2-aminonafthalin-6-sulfónico y 25 partes de acetato sódico cristalizado.
10. Después de terminada la copulación el colorante es precipitado mediante sal y filtrado. El o-aminoazocolorante húmedo es disuelto en caliente bajo adición de una solución acuosa de 6 partes de hidróxido sódico en 500 partes de piridina, y seguidamente se adiciona a gotas, a una temperatura de 30-35°, dentro de 1/2 hora, 150 partes de una solución de hipoclorito sódico al 17%. Se hace subir la temperatura paulatinamente a 70-80° y se agita a fondo hasta la completa desaparición del colorante. Seguidamente la piridina es destilada con vapor de agua, a cuyo efecto, al principiar la destilación mediante vapor de agua, se destruye
15. productos de oxidación reducibles, por adición de 3-8 par-
- 20.



223625

- tes de hidrosulfito sódico. El triazolcompuesto segregado es filtrado de la lejía madre, lavado con agua y secado al vacío. Se obtiene la sal sódica del ácido 2-(2"-cian-estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-6'-suldónico como
5. polvo blanco amarillento, difícilmente soluble en agua. El producto es un medio aclarador valioso para fibras celulósicas, fibras de poliamida lineales, como Nylon, etc, así como para jabones y productos de lavar sintéticos. A estos soportes, más o menos blancos, les proporciona una pura tonalidad blanca que tira a azul. Es bien sólido a luz y cloro, pudiendo ser utilizado, sin pérdida en eficacia óptica, en baños de tratamiento textil que contienen cloro activo. Tampoco el tratamiento posterior de las fibras textiles aclaradas con el mismo, con baños de blanqueo usuales que contienen cloro activo, perjudica el matizado blanco.
- 10.
- 15.
- Si en el ejemplo anterior en vez del ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico, se utiliza 30.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-5,7-disulfónico, oxidando el o-aminoazocolorante así obtenido en solución acuosa con una solución de
20. hipoclorito sódico para formar el triazolcompuesto, entonces se obtiene la sal disódica del ácido 2-(2"-cian-estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-5',7'-disulfónico como polvo amarillento, moderadamente hidrosoluble. El producto es un valioso medio aclarador para fibras celulósicas, así como para jabones y productos de lavar sintéticos.
- 25.

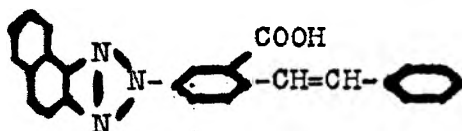


223625

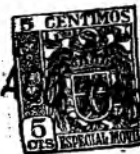
El 4-amino-2-cian-estilbeno, utilizado en el ejemplo anterior, es preparado del modo siguiente:

- 25 partes de 4-nitro-2-cian-estilbeno (obtenible según Ullmann, B. 41. 2296) son reducidas en una mezcla de monometiléter de etilenglicol y agua con 30 partes de virutas de hierro colado mordentadas. Se obtiene el 4-amino-2-cian-estilbeno como polvo amarillo claro. Presenta, recristalizado de alcohol, el punto de fusión 125-127°.

E J E M P L O 2.



10. En 250 partes de ácido acético al 80% son disueltas 23.9 partes de ácido 4-aminoestilben-2-carboxílico adicionando 25 partes de ácido clorhídrico concentrado y 150 partes de hielo, y se diazota a una temperatura de 5-8° con una solución acuosa de 6.9 partes de nitrito sódico. Se hace afluir
15. al diazocompuesto bien enfriado una solución caliente a 40-45°, de 14.3 partes de 2-amino-naftalina y 10 partes de ácido clorhídrico concentrado, en 200 partes de agua. Seguidamente se adiciona a gotas, a una temperatura de 15-18°, una solución acuosa de 40 partes de acetato sódico cristalizado de modo
20. que la reacción de copulación siempre se encuentra en zona débilmente ácida mineral. El o-aminoazoco-



223625

- lorante es aislado, disuelto en piridina a una temperatura de 90-95°, se adiciona una mezcla de 60 partes de sulfato de cobre cristalizado en 240 partes de agua y 120 partes de amoníaco concentrado, y se agita a una temperatura de 90-
5. -95° hasta la oxidación completa del colorante. Después del enfriamiento es separada de la piridina bajo adición de sal común la capa acuosa que contiene sal de cobre, la capa piridínica es repetidas veces lavada con solución de sal común que contiene amoníaco y la piridina es destilada seguidamente con vapor de agua bajo adición de 10 partes de hidróxido sódico y 2-5 partes de hidrosulfito sódico. Para la purificación ulterior el producto es disuelto en monometiléter de etilenglicol acuoso caliente, filtrado en caliente bajo adición de poco carbón animal, y el filtrado es vertido en un volumen 4 o 5 veces mayor de una solución de sal común al 10% aproximadamente. El producto segregado es filtrado, lavado con agua y secado. Se obtiene la sal sódica del ácido 2-(estilbil-4^m)-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2^m-carboxílico como polvo amarillento, difícilmente soluble en agua. El producto es un valioso medio aclarador para celulosa, fibras de poliamida linsales, materias artificiales, como cloruro de polivinilo, cloruro de polivinilideno, copolímeros, etc. El aclarado producido con el mismo se distingue por buenas solideces, particularmente por buena solidez al cloro. También los ésteres celulósicos, como ace-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

22 AGO 1955
5 CENTIMOS

223625

tato de celulosa, son aclarados por tratamiento con una dispersión jabonosa del nuevo producto. Además, el compuesto puede ser adicionado a los disolventes orgánicos que son utilizados para la purificación química de fibras textiles. Las fibras textiles purificadas de esta manera presentan un aspecto más blanco.

5.

Se obtiene un compuesto que igualmente presenta eficacia óptica sobre fibras celulósicas, si se substituye la 2-amino-naftalina por 22.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico. Por oxidación del o-aminoazocolorante obtenido se obtiene la sal disódica del ácido 2-(estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2"-carboxílico-6-sulfónico como polvo amarillento, moderadamente soluble en agua.

10.

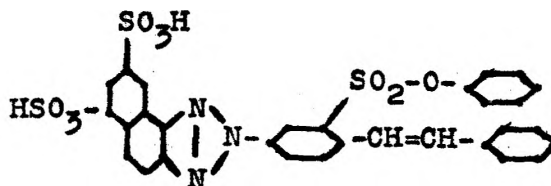
El ácido 4-amino-estilben-2-carboxílico citado en el ejemplo anterior es obtenido de la manera siguiente:

15.

27 partes de ácido 4-nitro-estilben-2-carboxílico (obtenible según Pfeiffer, B. 44, 1119) son reducidas en una mezcla de monometiléter de etilenglicol y agua con 30 partes de virutas de hierro colado mordentadas. Se obtiene el ácido 4-aminoestilben-2-carboxílico como polvo amarillento pálido.

20.

E J E M P L O 3.





223625

- 35.1 partes de feniléster 4-amino-estilben-2-sulfónico son disueltas en 120 partes de ácido acético glacial bajo adición de 25 partes de ácido clorhídrico concentrado y, después de la adición ulterior de 100 partes de hielo
5. son diazotadas a una temperatura de 10-12°, con una solución acuosa de 6.9 partes de nitrito sódico. El diazocompuesto es copulado con una solución acuosa de la sal sódica de 30.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-5,7-disulfónico y 25 partes de acetato sódico cristalizado. Como intermediario
10. de disolución se adiciona ventajosamente aun 2-5% de piridina técnica. Después de terminada la copulación, el o-aminoazocolorante es aislado, disuelto a continuación en piridina caliente y oxidado al tiazol, con una solución de 60 partes de sulfato de cobre cristalizado en 240 partes de
15. agua, a una temperatura de 90-95°. Después de terminada la oxidación se enfría a temperatura ambiente, y se adiciona 120 partes de amoníaco concentrado. Seguidamente se separa tal como se describe en el ejemplo 2, primero las sales de cobre y luego la piridina. Se obtiene la sal disódica del
20. ácido 2-(estilbil-4"-)-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-5',7'-disulfónico como polvo amarillo, moderadamente soluble en agua. El producto es un valioso medio aclarador para fibras de poliamidas lineales, como Nylon, etc, y presenta propiedades similares a las del compuesto descrito en el ejemplo 1.
25. El feniléster 4-aminoestilben-2-sulfónico, utiliza-

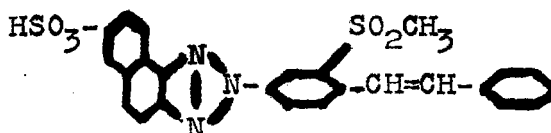


223625

do en el ejemplo anterior es obtenido del siguiente modo:

- 35.1 partes de feniléster 4-nitro-estilben-2-sulfónico son reducidas en una mezcla de monometiléter de etilenglicol y agua, según el procedimiento de Béchamp con 30 partes de virutas de hierro colado mordentadas. Se obtiene el fenilester 4-aminoestilben-2-sulfónico como polvo blanco amarillento. El producto presenta, recristalizado en alcohol, el punto de fusión 121-123°.
- 5.

E J E M P L O 4.



10. 27.3 partes de 4-amino-estilben-2-metilsulfona son disueltas en caliente con 25 partes de ácido clorhídrico concentrado en 200 partes de ácido acético glacial, se adiciona 150-200 partes de hielo y agua, y se diazota a una temperatura de 10-12° con una solución acuosa de 6.9 partes
15. de nitrito sódico. Se copula el diazocompuesto con una solución acuosa de 22.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico, 4.0 partes de hidróxido sódico y 25 partes de acetato sódico cristalizado. Después de terminada la copulación, el colorante es aislado y lavado. Seguidamente el o-aminoazocolorante húmedo es disuelto en piridina caliente, se adiciona
20. una mezcla de 60 partes de sulfato de cobre cristalizado



22 AGO

223625

- en 240 partes de agua, y 120 partes de amoníaco, y se agita a la temperatura de baño maría hasta la completa oxidación del colorante. Después del enfriamiento es separada de la piridina por adición de sal común, la capa acuosa que contiene sal de cobre, la capa piridínica es lavada repetidas veces con solución de sal común que contiene amoníaco, y seguidamente la piridina es destilada con vapor de agua bajo adición de 10 partes de hidróxido sódico y 2-5 partes de hidrosulfito sódico. Para ulterior purificación, el producto bruto es disuelto en dimetilformamida acuosa y caliente, y filtrado en caliente bajo adición de un poco de carbón animal. El filtrado es vertido en un volumen 4-5 veces mayor de una solución de sal común al 10% aproximadamente, el producto segregado es filtrado, lavado con agua y secado al vacío. Se obtiene la sal sódica del ácido 2-(estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2"-metilsulfon-6'-sulfónico como polvo amarillo, difícilmente soluble en agua, fácilmente en dimetilformamida o monoetiléter de etilenglicol. El producto puede ser utilizado para el aclarado de fibras poliamídicas lineales, como Nylon. Es, como el compuesto descrito en el ejemplo 1, excelentemente sólido al cloro y muy bien sólido a la luz.
- Se obtiene un producto de similares propiedades, si el ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico del ejemplo anterior es substituído por 22.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-5-



22

223625

-sulfónico. La sal sódica del ácido 2-(estilbil-4ⁿ)-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2ⁿ-metilsulfon-5'-sulfónico es obtenida como polvo amarillo difícilmente soluble en agua.

Si en el ejemplo anterior la 4-amino-estilben-2-me-

5. tilsulfona es substituída por 36.3 partes de 4-amino-estilben-2-(1',3'-dimetil-fenilsulfona), oxidando el o-aminoazocolorante obtenido, según el método antes descrito, al triazolcompuesto, entonces se obtiene la sal sódica del ácido 2-(estilbil-4ⁿ)-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2ⁿ-(1,3-dimetilfenilsulfon)-6'-sulfónico como polvo amarillento. Este compuesto es difícilmente soluble en agua, fácilmente soluble en dimetilformamida o en monometiléter de etilenglicol.

10.

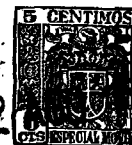
Por copulación del diazocompuesto de la 4-amino-estilben-2-(1',3'-dimetilfenilsulfona) con 30.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-5,7-disulfónico y oxidación del colorante al triazolcompuesto se obtiene la sal di-sódica del ácido 2-(estilbil-4ⁿ)-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2ⁿ-(1,3-dimetilfenilsulfon)-5',7'-disulfónico como polvo amarillento, moderadamente soluble en agua.

15.

20. Los dos triazolcompuestos mencionados en último lugar, constituyen igualmente valiosos medios aclaradores para fibras de poliamida lineales, como Nylon, etc. Los efectos de aclarado, obtenidos con los mismos, se distinguen por su excelente solidez al cloro y buena solidez a la luz.

25.

Los productos intermedios utilizados en el ejemplo



22

223625

anterior, pueden ser obtenidos del modo siguiente:

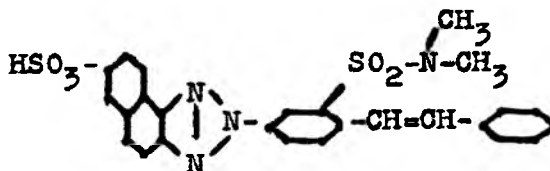
5. 22.3 partes de 4-nitro-toluensulfonato sódico son agitadas en 100 partes de tolueno con 12 partes de sulfato de dimetilo y 10 partes de óxido de magnesio durante 3-4 horas bajo reflujo. La 4-nitro-toluen-2-metilsulfona así obtenida, es un polvo blanco y presenta, recristalizado de alcohol, el punto de fusión 118-120°. 21.5 partes de esta 4-nitro-toluen-2-metilsulfona son condensadas durante 4 horas a una temperatura de 145-150° con 12 partes de benzaldehido y 2 partes de piperidina, a la 4-nitro-estilben-2-metil-sulfona. Recristalizado de ácido acético glacial, el producto es un polvo amarillo de punto de fusión 196-198°.
10. 30.3 partes de esta 4-nitro-estilben-2-metilsulfona son reducidas en una mezcla de monometiléter de etilenglicol y agua, según el procedimiento de Béchamp, con 30 partes de virutas de hierro colado merdentadas. Se obtiene la 4-amino-estilben-2-metilsulfona como polvo amarillo anaranjado. Recristalizado de alcohol el compuesto presenta el punto de fusión 131-133°.
15. La 4-amino-estilben-2-(1',3'-dimetilfenilsulfona) es obtenida de la siguiente manera:
20. Se calienta a ebullición bajo reflujo 118 partes de cloruro de ácido 4-nitro-toluen-2-sulfónico con 400 partes de m-xileno y 10 partes de cloruro férrico, hasta que queda terminada la disociación de ácido clorhídrico. El exceso de
- 25.



223625

- m-xileno es destilado mediante vapor de agua. 71 partes de la 3-nitro-6,2',4'-trimetil-1,1'-difenilsulfona obtenida son condensadas con 25 partes de benzaldehido, bajo adición de 2 partes de piperidina, a la 4-nitro-estilben-2-(1',3'-dimetil-fenilsulfona). 39.3 partes de este compuesto son reducidas en una mezcla de monometiléter de etilenglicol y agua, según el procedimiento de Béchamp, con 30 partes de virutas de hierro colado mordentadas. Se obtiene la 4-amino-estilben-2-(1',3'-dimetilfenilsulfona) como polvo amarillento; presenta, recristalizada de una mezcla de benceno-bencina, el punto de fusión 138-140°.

E J E M P L O 5.



- 30.2 partes de 4-aminoestilben-2-sulfodimetilamida son disueltas con 25 partes de ácido clorhídrico concentrado en 300 partes de ácido acético glacial; se adiciona 150 partes de hielo y se diazota a una temperatura de 10-12° con una solución acuosa de 6.9 partes de nitrito sódico. El diazocompuesto obtenido es copulado seguidamente con una solución acuosa de 22.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico, 4.0 partes de hidróxido sódico y 25 partes de



223625

5. acetato sódico cristalizado. Después de terminada la copulación, el o-aminoazocolorante obtenido es disuelto en piridina caliente y oxidado al triazolcompuesto, tal como se describe en el ejemplo 2, con solución de sulfato de cobre amoniacal, y a continuación purificado. Se obtiene la sal sódica del ácido 2-(estilbil-4ⁿ)-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2ⁿ-sulfodimetilamida-6'-sulfónico como polvo amarillento, difícilmente soluble en agua. El producto es un valioso producto aclarador para fibras poliamídicas lineales, como Nylon. Los efectos aclaradores obtenidos con este compuesto se distinguen por su excelente solidez al cloro, y por una muy buena solidez a la luz.
- 10.

- Se obtiene un producto de propiedades del todo similares, si en el ejemplo anterior el ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico es substituído por 22.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-5-sulfónico. La sal sódica del ácido 2-(estilbil-4ⁿ)-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2ⁿ-sulfodimetilamida-5'-sulfónico es obtenida como polvo amarillento difícilmente soluble en agua.
- 15.

20. La 4-amino-estilben-2-sulfodimetilamida utilizada en el ejemplo anterior es preparada de la manera siguiente:

- 32.4 partes de cloruro de ácido 4-nitro-estilben-2-sulfónico son incorporadas bajo enfriamiento mediante hielo a 100 partes de una solución acuosa de dimetilamina al 23% aproximadamente, y agitadas durante unas cuantas horas
- 25.

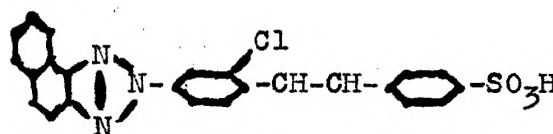


223625

a una temperatura de 0-5°, luego durante 1 hora a una temperatura de 60-65°. Después del enfriamiento se filtra, se lava bien con agua fría, y el residuo es reducido en una mezcla de monometiléter de etilenglicol y agua, con 30 partes de virutas de hierro colado y 5 partes de ácido acético.

5. Se obtiene la 4-amino-estilben-2-sulfodimetilamida como polvo amarillento. Presenta, recristalizada de alcohol, el punto de fusión 134-136°.

E J E M P L O 6.



10. 30.95 partes de ácido 4-amino-2-cloro-estilben-4'-sulfónico son disueltas con 4.0 partes de hidróxido sódico en agua, se adiciona 6.9 partes de nitrito sódico y se diazota indirectamente a una temperatura de 10-12° con 25 partes de ácido clorhídrico concentrado. La suspensión del diazocompuesto es copulada a una temperatura de 12-15° con
15. una solución acuosa de 14.3 partes de 2-aminonaftalina y 10 partes de ácido clorhídrico concentrado, y la reacción de copulación que presenta acidez mineral, es neutralizada paulatinamente por adición de una solución acuosa de 40
20. partes de acetato sódico cristalizado. Una vez terminada la copulación, el colorante es filtrado y lavado. Seguidamente



22 AGO 1955

223625

- el o-aminoazocolorante húmedo es disuelto en piridina caliente y oxidado a una temperatura de 90-95° con una mezcla de 60 partes de sulfato de cobre cristalizado en 240 partes de agua y 120 partes de amoníaco concentrado, al triazolcompuesto. Se descuprifica y purifica el producto bruto tal como se describe en el ejemplo 2, secándolo al vacío. El ácido 2-(2"-cloro-estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-4"-sulfónico es, en forma de sal sódica, un polvo amarillo. El compuesto es difícilmente soluble en agua, fácilmente soluble en dimetilformamida o monometiléter de etilenglicol, constituyendo un producto aclarador valioso para fibras de poliamidas lineales, como Nylon. Las fibras tratadas con el mismo presentan una pura tonalidad blanca que presenta buenas solideces, particularmente una excelente solidez al cloro y una buena solidez a la luz.
- 5.
- 10.
- 15.

- Si en el ejemplo anterior la 2-amino-naftalina es substituída por 22.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico y si se oxida el o-aminoazocolorante obtenido, al triazolcompuesto, entonces se obtiene la sal di-sódica del ácido 2-(2"-cloro-estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-6',4"-disulfónico como polvo amarillento, bien soluble en agua.
- 20.

- Este compuesto se desarrolla de soluciones acuosas diluídas sobre fibras celulósicas, y proporciona a las mismas un aspecto más blanco en la luz natural. El aclarado
- 25.



223625

así obtenido se distingue por eminente solidez al cloro y una muy buena solidez a la luz.

5. Si se substituye el ácido 4-amino-2-cloro-estilben-4'-sulfónico por 23.05 partes de 4-amino-2-cloro-estilbeno, copulando el diazocompuesto con ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico y oxidando el o-aminoazocolorante obtenido a la sal sódica del ácido 2-(2"-cloro-estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-6'-sulfónico, entonces se obtiene igualmente un producto aclarador valioso para fibras poliamídicas lineales, como Nylon.

10. Además, si se substituye el ácido 4-amino-2-cloro-estilben-4'-sulfónico por 22.6 partes de 4-amino-2-metoxi-estilbeno y si se copula el diazocompuesto del mismo con ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico, oxidando el o-aminoazocolorante obtenido al triazolcompuesto correspondiente, entonces se obtiene la sal sódica del ácido 2-(2"-metoxiestilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-6'-sulfónico como polvo amarillo, difícilmente soluble en agua. El producto puede utilizarse para el aclarado de fibras poliamídicas lineales, como Nylon. Proporciona a las fibras tratadas con el mismo, un aspecto más blanco en la luz natural de un matiz azul verdoso.

15. Los 4-aminoestilbencenocompuestos utilizados en el ejemplo anterior son obtenidos con arreglo al método de Meerwein (Journal für prakt. Chemie (2) 152, 256 (1939))
- 20.
- 25.



223625

del modo siguiente:

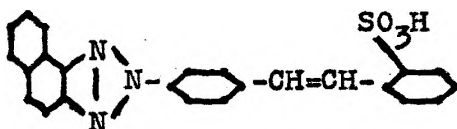
5. a) Por transposición del diazocompuesto de 17.3 partes de 4-nitro-2-cloro-1-aminobenceno con la solución de 22.8 partes de ácido cinámico-4-sulfónico, 4 partes de hidróxido sódico, 40 partes de acetato sódico y 10 partes de cloruro de cobre (II) cristalizado en 200 partes de agua, es obtenido, con disociación de nitrógeno y de dióxido de carbono, el ácido 4-nitro-2-cloroestilben-4'-sulfónico que es reducido en solución acuosa, con virutas de hierro colado y ácido clorhídrico, al ácido 4-amino-2-cloroestilben-4'-sulfónico;
10. b) por transposición del mismo diazocompuesto con una mezcla de las soluciones de 14.8 partes de ácido cinámico en 200 partes de acetona, y de 40 partes de acetato sódico y 10 partes de cloruro de cobre (II) en 200 partes de agua, se obtiene el 4-nitro-2-cloro-estilbena como polvo amarillo que es reducido en una mezcla de monometiléter de etilenglicol y agua, con virutas de hierro colado y ácido clorhídrico, al 4-amino-2-cloroestilbena que es obtenido como polvo amarillo;
15. c) por transposición del diazocompuesto de 16.8 partes de 4-nitro-2-metoxi-1-aminobenceno con 14.8 partes de ácido cinámico bajo las condiciones indicadas en b) y reducción del grupo nitro al grupo amino, se obtiene el 4-amino-2-metoxi-estilbena como polvo amarillo claro.
- 20.
- 25.



22-105

223625

E J E M P L O 7.



- 27.5 partes de ácido 4-amino-estilben-2'-sulfónico son disueltas con 4.0 partes de hidróxido sódico en agua, adicionando 6.9 partes de nitrito sódico, y diazotando indirectamente a una temperatura de 10-12° con 25 partes de ácido clorhídrico concentrado. La suspensión diazoica obtenida es copulada con una solución acuosa de 14.3 partes de 2-amino-naftalina y 10 partes de ácido clorhídrico concentrado a una temperatura de 15-18°. Por paulatina adición de una solución acuosa de 40 partes de acetato sódico cristalizado se mantiene una débil acidez mineral durante la reacción de copulación. Después de terminada la copulación el colorante es filtrado y lavado. El o-aminoazocolorante húmedo entonces es disuelto a una temperatura de 90-95° en piridina, adicionando una mezcla de 60 partes de sulfato de cobre cristalizado en 240 partes de agua y 120 partes de amoníaco concentrado y agitando en el baño maría hasta la oxidación completa del colorante. Después del enfriamiento, la capa acuosa que contiene sal de cobre es segregada de la piridina por adición de sal común, la capa piridínica es lavada repetidas veces con solución amoniacal de sal común, después



223625

- de lo cual la piridina es destilada con vapor de agua bajo adición de 10 partes de hidróxido sódico y 2-5 partes de hidrosulfito sódico. Para la purificación ulterior el producto bruto es disuelto en dimetilformamida acuosa, caliente, y filtrado en caliente bajo adición de carbón animal.
5. El filtrado es vertido en un volumen 4-5 veces mayor de una solución de sal común al 10% aproximadamente, el producto segregado es filtrado, lavado y secado al vacío. La sal sódica del ácido 2-(estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2"-sulfónico es un polvo amarillo difícilmente soluble en agua. El compuesto es un producto aclarador valioso para fibras celulósicas, fibras de poliamidas lineales, como Nylon, así como para jabones y productos de lavar sintéticos. Los efectos de aclarado con él obtenidos se distinguen por una excelente solidez al cloro y una muy buena solidez a la luz.
10. Si en el ejemplo anterior se substituye la 2-amino-naftalina por una solución de la sal sódica de 22.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-5- o -6-sulfónico, y 25 partes de acetato sódico cristalizado, y si se oxida seguidamente el o-aminoazocolorante obtenido a la sal di-sódica del ácido 2-(estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2"-5'- o -6'-disulfónico, entonces se obtiene productos de igualmente muy valiosas propiedades. Estos compuestos son polvos amarillos, fácilmente solubles en agua, sus soluciones di-
- 15.
- 20.
- 25.



22-625

luídas son casi incoloras. De soluciones acuosas se desarrollan sobre fibras celulósicas y proporcionan a éstas en la luz natural un aspecto más blanco. Los efectos de aclarado obtenidos se distinguen por una excelente solidez al cloro y una muy buena solidez a la luz.

5.

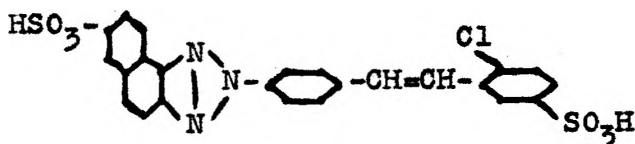
El ácido 4-amino-estilben-2'-sulfónico, utilizado en este ejemplo es obtenido por la siguiente vía:

10.

18.3 partes de ácido 4-nitro-fenilacético, 18.6 partes de 2-sulfobenzaldehído y 5 partes de piperidina son condensadas durante 4 horas a una temperatura de 150-160°. Se obtiene el ácido 4-nitro-estilben-2'-sulfónico como polvo amarillento. 30.5 partes de ácido 4-nitro-estilben-2'-sulfónico son reducidas, según el procedimiento de Béchamp, en agua con 30 partes de virutas de hierro colado mordentadas. El ácido 4-amino-estilben-2'-sulfónico es obtenido como polvo de un amarillento pálido.

15.

E J E M P L O 8.



20.

30.95 partes de ácido 4-amino-2'-cloro-estilben-5'-sulfónico son disueltas con 4.0 partes de hidróxido sódico en agua, adicionando 6.9 partes de nitrito sódico y diazotando indirectamente a una temperatura de 10-12° con 25 par-



22 AG

0025

- tes de ácido clorhídrico concentrado. La suspensión diazoica así obtenida es copulada a una temperatura de 12-15° con una solución acuosa de 22.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico, 4.0 partes de hidróxido sódico, y 25 partes de acetato sódico cristalizado. Después de terminada la copulación el o-aminoazocolorante es filtrado y lavado. Seguidamente, el colorante es disuelto en piridina caliente, como se describe en el ejemplo 7, oxidado a triazolcompuesto a una temperatura de 90-95° mediante una mezcla de 60 partes de sulfato de cobre cristalizado en 240 partes de agua y 120 partes de amoníaco concentrado, y seguidamente descuprificado y purificado. La sal di-sódica del ácido 2-(2''-cloro-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-5''-6'-disulfónico es un polvo amarillento bien soluble en agua. El compuesto se desarrolla sobre fibras celulósicas, de sus soluciones acuosas diluídas, proporcionando a las mismas un aspecto más blanco en la luz natural. Los efectos de aclarado, así obtenidos, se distinguen por excelente solidez al cloro y muy buena solidez a la luz.
20. Un producto más difícilmente soluble en agua con igualmente valiosas propiedades es obtenido, si se copula la suspensión diazoica del ácido 4-amino-2'-cloro-estilben-5'-sulfónico con una solución acuosa de 14.3 partes de 2-amino-naftalina y 10 partes de ácido clorhídrico concentrado y si se neutraliza paulatinamente la reacción ácida



224

223625

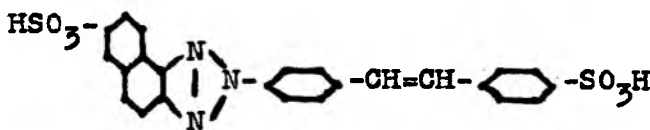
mineral de la copulación por adición de una solución acuosa de 40 partes de acetato sódico cristalizado, y si se oxida el o-aminoazocolorante obtenido, tal como se describe anteriormente, al triazolcompuesto. Después de la depuración

- 5. se obtiene la sal sódica del ácido 2-(2''-cloro-estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-5''-sulfónico como polvo amarillento. Este compuesto proporciona, tanto a fibras celulósicas como asimismo a fibras de poliamida lineales, como Nylon, así como a jabones en polvo y productos sintéticos de lavar, un aspecto más blanco en la luz natural.

El ácido 4-amino-2'-cloro-estilben-5'-sulfónico, indicado en el presente ejemplo, es obtenido por la siguiente vía:

- 15. 18.3 partes de ácido 4-nitrofenilacético, 22 partes de ácido 2-cloro-benzaldehído-5-sulfónico, y 6 partes de piperidina, son condensadas a una temperatura de 150-160° durante 4 horas. Se obtiene el ácido 4-nitro-2'-cloro-estilben-5'-sulfónico como polvo amarillento que es reducido con arreglo al procedimiento de Béchamp. El ácido 4-amino-2'-cloro-estilben-5'-sulfónico es un polvo amarillento pálido.

E J E M P L O 9.





223625

- 27.5 partes de ácido 4-amino-estilben-4'-sulfónico son disueltas con 4.0 partes de hidróxido sódico en agua; se adiciona 6.9 partes de nitrito sódico y se diazota indirectamente a una temperatura de 10-12°. La suspensión diazoica obtenida es copulada a una temperatura de 12-15° con
5. una solución acuosa de 22.3 partes de ácido 2-amino-naftalín-6-sulfónico, 4.0 partes de hidróxido sódico, y 25 partes de acetato sódico cristalizado. Después de terminada la copulación, el colorante es precipitado mediante sal, filtrado, y lavado. El o-aminoazocolorante húmedo seguidamente
10. es disuelto en caliente con 20 partes de amoníaco acuoso concentrado en una solución de piridina acuosa al 20%, y esta solución es copulada con una mezcla de 60 partes de sulfato de cobre cristalizado en 240 partes de agua y 120
15. partes de amoníaco concentrado-agua, y mantenida a una temperatura de 90-95° hasta la completa oxidación del colorante. La mezcla, seguidamente, es desagregada por adición de sal común, la capa piridínica es lavada repetidas veces con solución de sal común amoniacal, y luego es expulsada la piridina con vapor de agua, bajo adición de 10 partes de hidróxido sódico y 4-8 partes de hidrosulfito sódico. El triazol bruto es disuelto para la purificación ulterior en mono-
20. metiléter de etilenglicol caliente, la solución caliente es filtrada en caliente bajo adición de carbón animal y vertida, seguidamente, en un volumen 4-5 veces mayor de una solución
- 25.



223625

- de sal común al 10%. Después de filtración y secado, se obtiene la sal disódica del ácido 2-(estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-4"-6'-disulfónico como polvo amarillento bien soluble en agua. El producto constituye un
5. valioso medio aclarador para fibras celulósicas. Los efectos de aclarado se distinguen por una excelente solidez al cloro y una muy buena solidez a la luz.
- Si se copula una suspensión del diazocompuesto obtenida con arreglo al ejemplo anterior, del ácido 4-amino-
10. -estilben-4'-sulfónico con una solución acuosa de 14,3 partes de 2-amino-naftalina y 10 partes de ácido clorhídrico concentrado, bajo paulatina adición de 40 partes de acetato sódico cristalizado, entonces se obtiene, después de la oxidación del o-aminoazocolorante, la sal sódica del ácido
15. 2-(estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-4"-sulfónico, como polvo amarillento que se disuelve difícilmente en agua, fácilmente en dimetilformamida o en monometiléter de etilenglicol.
- Este compuesto es un medio aclarador valioso para
20. fibras celulósicas y poliamidas lineales, como Nylon. Proporciona a estos substratos más o menos blancos un aspecto más blanco en la luz natural. Los efectos de aclarado producidos con el mismo, se distinguen por una muy buena solidez a la luz y una excelente solidez al cloro.
25. El ácido 4-amino-estilben-4'-sulfónico, utilizado



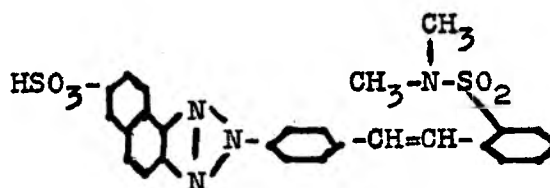
22 AG

223625

en este ejemplo, es preparado por las vías siguientes:

5. a) 18.3 partes de ácido 4-nitro-fenilacético, 18.6 partes de 4-sulfo-benzaldehído (obtenible por transposición de 4-clorobenzaldehído con sulfito sódico a 180-185°) y 6 partes de piperidina son condensadas durante 4 horas a una temperatura de 160-170°. Se obtiene el ácido 4-nitro-estilben-4'-sulfónico como polvo amarillento.
10. b) 13.8 partes de 4-nitranilina son transpuestas con 22.8 partes de ácido 4-sulfocinámico, con arreglo al procedimiento de Meerwein, bajo las condiciones descritas en el ejemplo 6, a ácido 4-nitro-estilben-4'-sulfónico. 30.5 partes de ácido 4-nitro-estilben-4'-sulfónico son reducidas en presencia de 5 partes de ácido clorhídrico, de acuerdo con el procedimiento de Béchamp, en agua con 30 partes de virutas de hierro colado mordentadas. Se obtiene el ácido 4-aminoestilben-4'-sulfónico como polvo amarillento pálido.
- 15.

E J E M P L O 10.



20. 30.2 partes de dimetilamida del ácido 4-aminoestilben-2'-sulfónico son disueltas en 100 partes de ácido acético glacial con 25 partes de ácido clorhídrico concentrado, adicionando 80 partes de hielo, y diazotando a una tempera-



223623

- tura de 10-12° con una solución acuosa de 6.9 partes de nitrato sódico. El diazocompuesto obtenido, seguidamente, es copulado a una temperatura de 12-15° con una solución acuosa de 22.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico,
5. 4.0 partes de hidróxido sódico, y 25 partes de acetato sódico cristalizado. Después de terminada la copulación, el o-aminoazocolorante es disuelto en piridina caliente y entonces oxidado al triazolcompuesto, a una temperatura de 90-95° con una mezcla de 60 partes de sulfato de cobre
10. cristalizado en 240 partes de agua y 120 partes de amoníaco concentrado. El producto bruto es ulteriormente descuprificado y purificado, tal como está descrito en el ejemplo 2. Se obtiene la sal sódica de la 2-(estilbil-4")-(nafto-1', 2' :4,5)-1,2,3-triazol-2"-sulfodimetilamida-6'-sulfónico,
15. como polvo amarillento. El producto, difícilmente soluble en agua, fácilmente soluble en dimetilformamida o en monometiléter de etilenglicol, se desarrolla de sus soluciones acuosas diluídas en fibras celulósicas y en fibras de poli-amida lineales, proporcionando a estos substratos un aspecto más blanco en la luz natural. Los efectos de aclarado
20. obtenidos se distinguen por buena solidez a la luz, así como por excelente solidez al cloro.

Se obtiene un producto similar, apropiado para el aclarado de fibras celulósicas, si en el ejemplo anterior

25. el ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico es substituído por



22A

223000

30.3 partes de ácido 2-aminonaftalin-5,7-disulfónico. La sal di-sódica obtenida de 2-(estilbil-4^{''})-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2^{''}-sulfodimetilamida-5',7'-disulfónico es un polvo amarillento bien soluble en agua. Sus soluciones acuosas diluídas son prácticamente incoloras.

5.

La 4-amino-estilben-2'-sulfodimetilamida puede ser substituída en el ejemplo anterior, asimismo, por 35.6 partes de 4-amino-estilben-2'-sulfociclohexilamida. Por trans-

10.

posición del diazocompuesto con ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico y oxidación del o-aminoazocolorante al triazol-

15.

compuesto se obtiene la sal sódica del ácido 2-(estilbil-4^{''})-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2^{''}-sulfociclohexilamida-6'-sulfónico, como polvo amarillento, difícilmente soluble en agua, fácilmente soluble en dimetilformamida o monometiléter de etilenglicol. El producto es un medio aclarador excelente para fibras a base de poliamidas lineales, como Nylon o Perlon.

20.

Se obtiene un producto con similares propiedades, si el ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico es substituído por 30.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-5,7-disulfónico. La sal di-sódica del ácido 2-(estilbil-4^{''})-(nafto-1'2':4,5)-1,2,3-triazol-2^{''}-sulfociclohexilamida-5',7'-disulfónico es un polvo amarillento, moderadamente soluble en agua.

25.

La 4-amino-estilben-2'-sulfodimetilamida utilizada en el ejemplo anterior, es preparada de la siguiente manera:



22

23625

32.7 partes de la sal sódica del ácido 4-nitro-estilben-2'-sulfónico descrito en el ejemplo 7, son incorporadas en una mezcla de 200 partes de oxiclorigo de fósforo, y 40 partes de pentaclorigo de fósforo y agitadas durante 4 horas a una temperatura de 102-105°. Por incorporación de la mezcla reaccional en hielo y agua a una temperatura inferior a 5°, son desintegrados los halogenuros de ácido fosfórico. El clorigo de ácido 4-nitroestilben-2'-sulfónico es filtrado, bien lavado con agua, y secado al vacío, a una temperatura de 30-35°.

32.4 partes de clorigo de ácido 4-nitro-estilben-2'-sulfónico son incorporadas a una temperatura de 0-5° en 100 partes de una solución dimetilamínica acuosa al 23% aproximadamente. Seguidamente se agita durante unas cuantas horas a 0-5°, y a continuación durante una hora a 40-50°. Después del enfriamiento, el residuo precipitado es filtrado y bien lavado con agua fría. Entonces el producto obtenido es reducido, según el procedimiento de Béchamp, en presencia de 5 partes de ácido clorhídrico con 30 partes de virutas de hierro colado, en una mezcla de monometiléter de etilenglicol y agua. Se obtiene la 4-amino-estilben-2'-sulfodimetilamida, como polvo ligeramente amarillento. Recristalizado de benceno, presenta el punto de fusión 121-123°.

Si se substituye la dimetilamina por una mezcla de 100 partes de agua y 25 partes de ciclohexilamina, reducen-

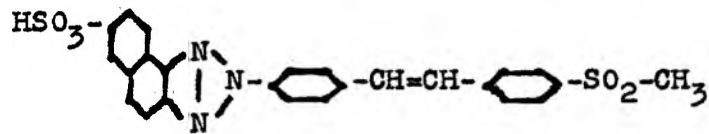
22



223625

do la 4-nitro-estilben-2'-sulfociclohexilamida así obtenida, entonces se obtiene la 4-amino-estilben-2'-sulfociclohexilamida como polvo amarillento claro. El producto presenta, recristalizado de benceno, el punto de fusión 139-141°.

5. EJEMPLO 11.



10. Se diazota 27.3 partes de 4-amino-estilben-4'-metilsulfona del modo descrito en el ejemplo 10 para la 4-amino-estilben-2'-sulfodimetilamida. Por copulación del diazocompuesto con ácido 2-aminonaftalin-6-sulfónico y oxidación del o-aminoazocolorante bajo idénticas condiciones como en el ejemplo 10, a triazolcompuesto, se obtiene la sal sódica del ácido 2-(estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-4'''-metilsulfon-6'-sulfónico como polvo amarillento. El producto, difícilmente soluble en agua es un medio excelente para el aclarado de fibras de celulosa. Además, puede utilizarse para el aclarado de fibras de poliamida lineales, como Nylon, etc.
- 15.

20. Se obtiene un producto de propiedades similares, si en vez de la 4-amino-estilben-4'-metilsulfona, se utiliza 27.3 partes de 4-aminoestilben-2'-metilsulfona. La sal sódica del ácido 2-(estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'''-metilsulfon-6'-sulfónico es un polvo amarillento



22 AGO

223625

y difícilmente soluble en agua.

a) La 4-amino-estilben-4'-metilsulfona es obtenida del modo siguiente:

5.

18.4 partes de 4-metilsulfonil-benzaldehído son condensadas durante 4 horas a una temperatura de 150-160° con 18.3 partes de ácido 4-nitro-fenilacético y 2 partes de piperidina. Se obtiene la 4-nitro-estilben-4'-metilsulfona como polvo amarillo. Recristalizada de ácido acético glacial presenta el punto de fusión 235-237°.

10.

30.3 partes de esta 4-nitro-estilben-4'-metilsulfona son reducidas con arreglo al procedimiento de Béchamp en una mezcla de monometiléter de etilenglicol y agua. La 4-amino-estilben-4'-metilsulfona es un polvo amarillento.

b) La 4-amino-estilben-2'-metilsulfona es preparada de la siguiente manera:

15.

32.4 partes de cloruro de ácido 4-nitro-estilben-2'-sulfónico son transformadas a una temperatura de 20-30°, con una solución de 32 partes de sulfito sódico y 5 partes de hidróxido sódico en 200 partes de agua, en la sal sódica del ácido 4-nitro-estilben-2'-sulfónico. El hidróxido sódico es adicionado en el transcurso de unas cuantas horas de tal modo que la mezcla reaccional presenta siempre una reacción ligeramente alcalina a la fenolftaleína. Seguidamente se amasa durante 4-5 horas

20.

25.

bajo reflujo, 31.1 partes de 4-nitroestilben-2'-sulfi-

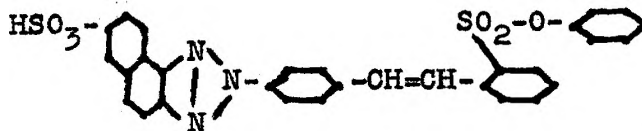
22 AGO



223625

- nato sódico en 200 partes de xileno con 20 partes de sulfato de dimetilo y 20 partes de óxido de magnesio. La 4-nitro-estilben-2'-metilsulfona obtenida, es un polvo amarillo que, recristalizado de alcohol, presenta el punto de fusión 147-149°. Si se reduce 30.3 partes de esta 4-nitro-estilben-2'-metilsulfona de acuerdo con el procedimiento Béchamp, en una mezcla de monometil-éter de etilenglicol y agua con 30 partes de virutas de hierro colado mordentadas, entonces se obtiene la 4-amino-estilben-2'-metilsulfona como polvo amarillo que, recristalizado de alcohol, presenta el punto de fusión 147-149°.

E J E M P L O 12.



- Se diazota 35.1 partes de feniléster 4-amino-estilben-2'-sulfónico, se copula con ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico, y se oxida el o-amino-azocolorante obtenido, al triazolcompuesto, bajo las condiciones indicadas en el ejemplo 10. Así se obtiene la sal sódica del ácido 2-(estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2'''-sulfofeniléster-6'-sulfónico como polvo que tira a amarillo, difícilmente soluble en agua. El producto es un valioso medio aclarador



223625

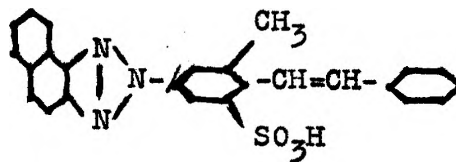
para fibras de poliamida lineales, como Nylon.

El feniléster 4-amino-estilben-2'-sulfónico es obtenido como sigue:

5. 32.4 partes de cloruro de ácido 4-nitro-estilben-2'-sulfónico son incorporadas paulatinamente a una temperatura de 60-65° y con reacción alcalina a la fenolftaleína, a una mezcla de 10 partes de fenol, 4,5 partes de hidróxido sódico y 20 partes de agua. Seguidamente se agita aún durante una hora a una temperatura de 60-65°, entonces se enfría, se filtra el residuo precipitado y se lava bien con agua. Después del secado al vacío el feniléster 4-nitro-estilben-2'-sulfónico es un polvo débilmente pardusco.

10. 35.1 partes de este feniléster 4-nitro-estilben-2'-sulfónico son reducidas, conforme al procedimiento de Béchamp, en una mezcla de monometiléter de etilenglicol y agua con 30 partes de virutas de hierro colado mordentadas. Se obtiene el feniléster 4-amino-estilben-2'-sulfónico como masa amarilla resinosa.

E J E M P L O 13.



20. Se disuelve 28.9 partes de ácido 4-amino-6-metil-estilben-2-sulfónico con 4.0 partes de hidróxido sódico en



22 AGO 56

223825

- 300 partes de agua, se adiciona 6.9 partes de nitrito sódico y se diazota indirectamente a una temperatura de 10-12° con 25 partes de ácido clorhídrico concentrado. La suspensión diazoica es copulada a una temperatura de 10-12° con una solución de 14.3 partes de 2-amino-naftalina y 10 partes de ácido clorhídrico concentrado, en 250 partes de agua, neutralizando la reacción de la mezcla, que presenta intensa acidez mineral, por paulatina adición de 40 partes de acetato sódico cristalizado. Después de terminada la copulación, el o-amino-azocolorante es filtrado y lavado. A continuación, el colorante es disuelto en 300 partes de piridina caliente y se le adiciona una mezcla de 60 partes de sulfato de cobre cristalizado en 240 partes de agua y 120 partes de amoníaco concentrado, agitando seguidamente a una temperatura de 90-95° hasta la completa oxidación del colorante. La separación de las sales de cobre, y la purificación del producto bruto, son realizadas tal como se describe en el ejemplo 2. Se obtiene la sal sódica del ácido 2-(6"-metil-estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2"-sulfónico como polvo amarillo difícilmente soluble en agua, fácilmente soluble, en cambio, en dimetilformamida o monometiléter de etilenglicol. El nuevo triazolcompuesto es un excelente medio para el aclarado de fibras de poliamida lineales, como Nylon. El matizado blanco obtenido con el mismo presenta una excelente solidez al cloro y una muy buena
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



223625

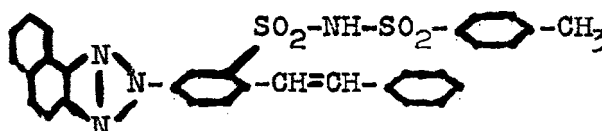
solidez a la luz.

- Se obtiene un producto más fácilmente soluble en agua, si la suspensión diazoica obtenible según el ejemplo anterior, es transpuesta con una solución acuosa de 22.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-5-sulfónico, 4.0 partes de hidróxido sódico y 25 partes de acetato sódico cristalizado, y si el o-amino-azocolorante es oxidado a triazolcompuesto. Se obtiene la sal di-sódica del ácido 2-(6"-metil-estilbil-4")-(nafto-1',2';4,5)-1,2,3-triazol-2",5'-disulfónico como polvo amarillento.
- 5.
- 10.

- Se obtiene un producto con propiedades casi idénticas, si el ácido 2-amino-naftalin-5-sulfónico es substituído por 22.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico. La sal disódica del ácido 2-(6"-metil-estilbil-4")-(nafto-1',2';4,5)-1,2,3-triazol-2",6'-disulfónico es igualmente, un polvo amarillento bien soluble en agua.
- 15.

- Los dos compuestos mencionados en último lugar se desarrollan de sus soluciones acuosas sobre fibras de poli-amidas lineales más o menos blancas, como Nylon o Perlon, y proporcionan a las mismas un hermoso matizado blanco de excelente solidez al cloro y de muy buena solidez a la luz.
- 20.

EJEMPLO 14.





223625

- Se disuelve 42.8 partes de 4-amino-estilben-2-(p-metil-fenilo)-disulfimida con 4.0 partes de hidróxido sódico en agua, se adiciona 6.9 partes de nitrito sódico y se diazota indirectamente a una temperatura de 10-12° con 25 partes de ácido clorhídrico concentrado. La suspensión diazoica obtenida, es copulada a una temperatura de 12-15° con una solución de 14.3 partes de 2-amino-naftalina y 10 partes de ácido clorhídrico concentrado en 250 partes de agua y la intensa acidez mineral de la reacción de la mezcla es mantenida ligeramente ácida mineral por correspondiente adición de aproximadamente 40 partes de acetato sódico cristalizado. Después de terminada la copulación, el o-aminoazocolorante es filtrado, lavado, y seguidamente disuelto en 500 partes de piridina caliente. Para la oxidación del colorante se adiciona una mezcla de 60 partes de sulfato de cobre cristalizado en 240 partes de agua y 120 partes de amoníaco concentrado, y se agita, a una temperatura de 90-95°, hasta la completa desaparición del colorante. Después del enfriamiento, la capa que contiene sal de cobre es separada de la piridina, bajo adición de sal común, se lava repetidas veces la capa piridínica con solución de sal común amoniaca y seguidamente se destila la piridina bajo adición de 10 partes de hidróxido sódico y 3-6 partes de hidrosulfito sódico. El producto segregado es filtrado y lavado con agua caliente. Para la purificación ulterior, el
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.



223625

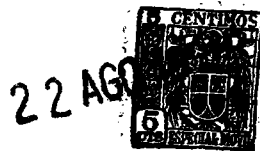
- producto bruto es disuelto en dimetilformamida acuosa caliente y filtrado en caliente bajo adición de carbón animal. La solución obtenida, seguidamente es vertida en un volumen 4 o 5 veces mayor de una solución de sal común al 10% aproximadamente, el producto segregado es filtrado, lavado con agua y secado. La sal sódica de la 2-(estilbil-4'')-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2''-(p-metil-fenilo)-disulfimida es obtenida como polvo amarillento difícilmente soluble en agua, fácilmente soluble en monometiléter de etilenglicol o dimetilformamida. Este producto es un excelente medio aclarador para fibras de poliamida lineales, como Nylon o Perlon. El substrato más o menos amarillento presenta, después del tratamiento con soluciones acuosas del nuevo triazolcompuesto, un aspecto más blanco en la luz natural. El matizado blanco se distingue por una excelente solidez al cloro y una buena solidez a la luz.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- Se obtiene un compuesto más fácilmente soluble en agua, que presenta también buen poder aclarador, si el diazocompuesto indicado en el ejemplo anterior es copulado con una solución acuosa de 22.3 partes de ácido 2-amino-naftalín-6-sulfónico, 4.0 partes de hidróxido sódico y 25 partes de acetato sódico cristalizado. Por oxidación del o-amino-azocolorante en solución acuosa con una mezcla de 60 partes de sulfato de cobre cristalizado en 240 partes de agua y 120 partes de amoníaco concentrado en solución acuosa, se



223625

obtiene, después de terminada la elaboración y purificación, la sal di-sódica del ácido 2-(estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2"- (p-metil-fenil)-disulfimida-6'-sulfónico como polvo amarillento.

5. Si se substituye la 4-amino-estilben-2-(p-metil-fenil)-disulfimida por 41.1 partes de 4-amino-estilben-2-fenildisulfimida, o por 44.8 partes de 4-amino-estilben-2-(p-cloro-fenil)-disulfimida, transponiendo la suspensión diazoica así obtenida, con una solución acuosa de 14.3 partes de 2-amino-naftalina y 10 partes de ácido clorhídrico concentrado en zona de débil acidez mineral, entonces se obtiene, después de la oxidación del correspondiente o-amino-azocolorante, la 2-(estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2"-fenildisulfimida, o la -2"- (p-cloro-fenil)-disulfimida, respectivamente. Estos compuestos, en forma de sales sódicas son polvos amarillentos, difícilmente solubles en agua. Son medios aclaradores muy valiosos para fibras poliamídicas lineales, como Nylon o Perlon. Se obtiene productos de eficacia similar, si la 4-amino-estilben-2-
10. -(p-metil-fenil)-disulfimida es substituída por 35.2 partes de 4-amino-estilben-2-metildisulfimida, o por 39.3 partes de 4-amino-estilben-2-benzoil-sulfimida. La 2-(estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2"-metildisulfimida, o la 2-(estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2"-benzoil-
15. -sulfimida, son igualmente compuestos amarillentos difícil-
- 20.
- 25.



223625

mente solubles en agua.

5. Se obtiene compuestos más fácilmente solubles en agua, si los diazocompuestos de la 4-amino-estilben-2-fenil-disulfimida, o de la -2-(p-cloro-fenil)-disulfimida, o de la -2-metil-disulfimida, o de la -2-benzoil-sulfimida, son transpuestos con una solución acuosa de 22.3 partes de ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico, 4.0 partes de hidróxido sódico y 25 partes de acetato sódico cristalizado. Por oxidación del o-amino-azocolorante son obtenidas como polvos amarillentos las sales disódicas de 2-(estilbil-4")-(nafto-1',2':4,5)-1,2,3-triazol-2"-fenil-disulfimida-6'-sulfónico o -2"-(p-cloro-fenil)-disulfimida-6'-sulfónico, o -2"-metildisulfimida-6'-sulfónico, o -2"-benzoilsulfimida-6'-sulfónico.
- 10.
15. Los amino-estilben-compuestos utilizados en el ejemplo anterior son obtenidos por la siguiente vía:
20. 32.4 partes de cloruro de ácido 4-nitro-estilben-2-sulfónico son incorporadas bajo enfriamiento con hielo en 100 partes de una solución acuosa de amoníaco al 5%, agitando unas horas, primero a una temperatura de 0-5°, y luego, durante una hora, a 60-65°. Después del enfriamiento se filtra, se lava bien con agua fría y se seca seguidamente. La 4-nitro-estilben-2-sulfamida es un polvo amarillo.
25. 30.5 partes de esta 4-nitro-estilben-2-sulfamida son agitadas a una temperatura de 70-80° en una mezcla de



223625

monometiléter de etilenglicol y agua, con 21 partes de sulfocloruro de p-tolueno y 9-10 partes de hidróxido sódico.

La 4-nitro-estilben-2-(p-metil-fenil)-disulfimida así obtenida, es reducida con arreglo al procedimiento de Béchamp

5. con 30 partes de virutas de hierro colado en una mezcla de monometiléter de etilenglicol y agua, a 4-amino-estilben-2-(p-metil-fenil)-disulfimida. El producto es, después del secado, un polvo amarillento.

También se obtiene los otros compuestos indicados,

10. si el sulfocloruro de p-tolueno es substituído por 18 partes de sulfocloruro de benceno o 23 partes de sulfocloruro de 4-cloro-benceno, o 12 partes de sulfocloruro de metilo. Para la preparación de la 4-nitroestilben-2-benzoilsulfimida, la 4-nitroestilben-2-sulfamida es transpuesta con cloruro de
15. benzoilo en piridina, reduciendo el grupo nitro o grupo amino.

E J E M P L O 15.

Se trata popelín blanco de algodón, durante 15 minutos a 40° en un baño que presenta una proporción de baño de 1:50, con un 0.04% (referido al peso de tejido) del estilbilnaftotriazol obtenible según el ejemplo 1, en presencia de 5% de sal de Glauber (referido al peso de tejido).

20. Después de enjuagada y secada, la tela tratada presenta un aspecto considerablemente más blanco que antes del tratamiento.
- 25.



223625

E J E M P L O 16.

5. 1 parte de ropa blanca, como por ejemplo fundas de almohada, sábanas, etc., es lavada del modo usual a 90-100°, en 10 partes de un baño de lavado que contiene 3 g de jabón de piedra, 2 g de sosa y 0.003 g del estilbil-nafto-triazol obtenible según el ejemplo 1, por litro, enjuagada y secada. Se obtiene una ropa de una blancura deslumbradora que no presenta ningún matiz desagradable que tire a rojo.

E J E M P L O 17.

10. 10 partes de tela de Nylon ligeramente amarillenta son teñidas durante 30 minutos a 85-90° en un baño tintóreo, con una proporción de baño de 1:60, que contiene 0.02 parte del producto aclarador según el ejemplo 10 y 1 parte de sal común. Se enjuaga con agua fría y se seca al aire. La tela así tratada, presenta un aspecto mucho más blanco, en la luz natural, que la no tratada.
- 15.

20. La invención en su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización, que difieran en detalle de las indicadas a título de ejemplos, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, llevarse a la práctica con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido en el espíritu de las reivindicaciones.

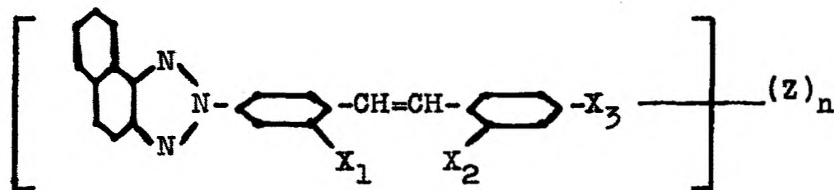


N O T A

223625

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad suiza nº 9402 del 23 de Agosto de 1954.

5. 1. Mejoras en el objeto de la patente principal nº 212386 por procedimiento para la preparación de monotriazolcompuestos fluorescentes, caracterizadas porque se copula un 4-aminoestilbencompuesto diazotado, el cual contiene en el anillo bencénico que presenta grupos amino, en posición orto con respecto al puente de etileno, hidrógeno, un substituyente distinto del ácido sulfónico, o un grupo de ácido sulfónico, y aun a lo menos un substituyente ulterior, con un naptalincompuesto que copula en posición vecina con respecto a un grupo amino, al o-aminoazocolorante y porque se oxida éste con arreglo a métodos conocidos al correspondiente 1,2,3-triazolcompuesto, a cuyo efecto se elige los componentes de tal manera que el producto final no contenga, ni grupos hidroxilo, amino, y cromóforos aromáticamente enlazados, ni grupos acilamino, triazinilamino, o anillos de azol en el radical estilbeno, correspondiente a la fórmula general
- 10.
- 15.



20. en la cual los anillos aromáticos pueden estar aún ulteriormente substituídos por los substituyentes admisibles usua-

22 AGO



223625

les, a cuyo efecto, no obstante, en la posición X_1 queda excluido el grupo de ácido sulfónico como sustituyente único del pertinente anillo de benceno, valiendo la condición ulterior de que en las posiciones X_1 , X_2 y X_3 tiene que estar presente a lo menos un sustituyente, de preferencia electrófilo, y en la cual significan

5.

Z un grupo ácido apto para proporcionar efecto hidrodisolvente con formación de sal, y
n un número entero de 1 a 4.

10.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizada porque en los 2-estilbil-nafto-1,2,3-triazolcompuestos preparados a base de 4-aminoestilbencompuestos diazotados y aminonaftalincompuestos que copulan en posición vecina con respecto a un grupo amino, que aparte de los sustituyentes

15.

conforme a las condiciones, y admisibles, aun contienen sustituyentes inadmisibles, éstos últimos son eliminados posteriormente por la vía química, o substituídos por sustituyentes admisibles.

20.

3. Mejoras en el objeto de la patente principal nº 212386 por procedimiento para la preparación de monotriazolcompuestos fluorescentes.

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

Madrid, a 22 de Agosto de 1.955

J. R. GEIGY A.G.

P.a.

JAIME ISERN

P. p.