



226702

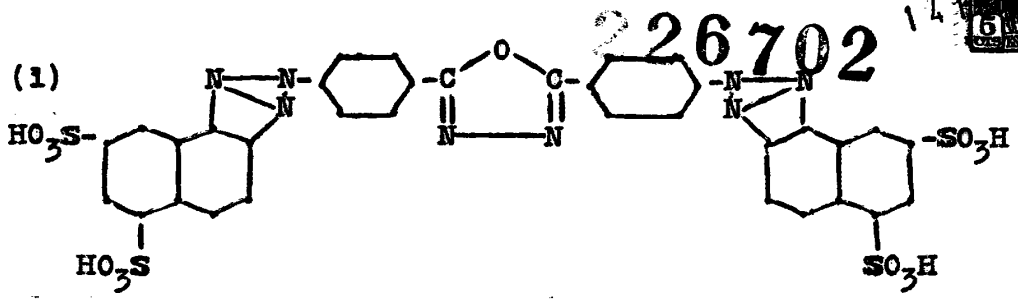
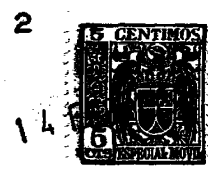
P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

Por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS OXDIAZOL-
COMPUESTOS", a favor de la firma suíza CIBA Sociéte Anonyme,
domiciliada en BASILEA, Suíza.

=oOo=

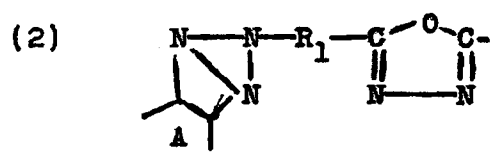
MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a nuevos oxidiazol-
compuestos prácticamente no coloreados, fluorescentes, que,
como por ejemplo el compuesto de fórmula



están exentos de grupos oxi y contienen a lo menos un radical arilo que está enlazado unilateralmente con un anillo de oxidiazol, y en posición para con respecto a éste, con un anillo de 1,2,3-triazol, cuyos dos átomos de carbono son simultáneamente eslabones de anillo de otro radical arilo.

Los nuevos compuestos, por lo tanto, contienen a lo menos una vez la agrupación atómica



en la cual significan

- A un radical arilo condensado del modo indicado por los trazos indicadores de valencias con el anillo de triazol,
- y
- R₁ un radical arilo enlazado en posición para con los dos heteroanillos.

Se llega a estos nuevos compuestos si, en ácidos aril-carboxílicos que presentan en posición para con respecto al grupo de ácido carboxílico un grupo amino diazotable o un sustituyente que contiene nitrógeno, transformable en tal grupo amino diazotable, por una parte se diazota el grupo amino, eventualmente después de la transformación del mencionado substituyente en un grupo amino primario, si se copula el diazo-compuesto con aminearilcompuestos exentos de grupos oxi y que copulan en posición vecina al grupo amino, oxidando las agru-



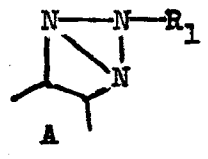
226702

paciones o-aminoazoicas así formadas en anillos de triazol, y si se lleva a cabo por otra parte en los grupos de ácido carboxílico una condensación con hidrazinas, y cierres de anillo de oxdiazol con medios que disocian agua.

5 Es evidente, sin más, que las transposiciones necesarias para la preparación de los nuevos compuestos, pueden ser realizadas en una sucesión diferente.

Así se puede, por ejemplo, diazotar un ácido p-aminoarilcarboxílico, copular el diazocompuesto con un aminoaril-
10 compuesto que copula en posición vecina con respecto al grupo amino, oxidar la agrupación o-aminoazoica en anillo de triazol y de este modo se obtiene un compuesto de fórmula

(3)



A significa un radical arilo exento de grupos oxi, condensado del modo indicado por los trazos indicadores de valencias con el anillo de triazol, y
15

R₁ un radical arilo que contiene en posición para con respecto al enlace con el anillo de triazol, un grupo de ácido carboxílico, en caso dado modificado funcionalmente.

De este compuesto se obtiene, por condensación con
20 hidrazinas y por tratamiento con medios que disocian agua, los deseados oxdiazolcompuestos.

Como ácidos p-aminoarilcarboxílicos se utiliza ventajosamente ácidos p-aminobenzoicos, por ejemplo el ácido p-aminobenzoico no ulteriormente substituído. Como azocomponentes
25 se puede utilizar aminoarilcompuestos de la serie de los bencenos o, preferentemente, de la serie de las naftalinas, que copulan en posición vecina al grupo amino, a cuyo efecto son



226702

particularmente apropiados los ácidos aminonaftalinsulfónicos que contienen uno hasta tres, pero preferentemente dos grupos de ácido sulfónico. Entran en consideración 2-aminonaftalinas que copulan en posición 1, o 1-aminonaftalinas que copulan en

5 posición 2. Como ejemplo se cita:

Acido 1-aminonaftalin-4- o -5-sulfónico,
 ácido 2-aminonaftalin-5-, -6- o -7-sulfónico,
 ácido 2-aminonaftalin-3,5-disulfónico,
 ácido 2-aminonaftalin-5,7-disulfónico,
 10 ácido 1-aminonaftalin-3,8-disulfónico,
 ácido 1-aminonaftalin-4,8-disulfónico.

Los productos intermedios de fórmula (3) ahora pueden ser condensados en forma de los ácidos libres, o como los derivados funcionales de los mismos, particularmente como halogenuros de ácidos, con hidrazinas. En el caso indicado en pri

15 mer lugar, se presta particularmente bien como medio de condensación el trióxido de azufre, preferentemente disuelto en ácido sulfúrico anhídrido (Oleum), puesto que no solo ocasiona la condensación en la hidrazida de ácido carboxílico, sino

20 también adicionalmente, aun la conversión por cierre de anillo en el oxdiazol, en una fase operatoria. En general se muestran como ventajosos los medios sulfonadores, o sea, además del Oleum ya mencionado, por ejemplo, también ácido cloro sulfónico. Si, como en el caso de los halogenuros de ácidos,

25 no se necesita ningún medio de condensación particular, se puede emplear también otro medio que disocie agua para el cierre del anillo, como por ejemplo, cloruro de tionilo, tricloruro de aluminio o fósgeno. Esta forma de realización resulta apropiada para aquellos casos en que los medios sulfonadores

30 producirían, además de la condensación y del cierre de anillo,



226702

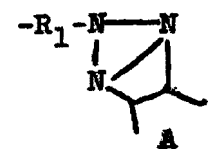
roanillos;

R₂ cualquier radical, preferentemente un radical benceno, enlazado en posición para con los anillos de oxdiazol;

R₃ un radical arilo, o igualmente un radical de la composición

5

(5)



m y n sendos números enteros que valen a lo sumo 2.

Según otra forma de realización del presente procedimiento, se procede de la manera siguiente:

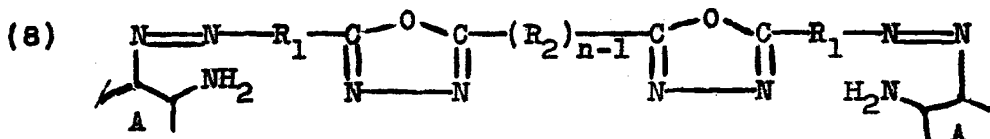
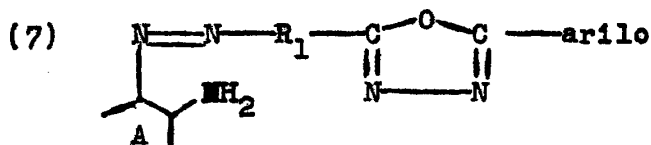
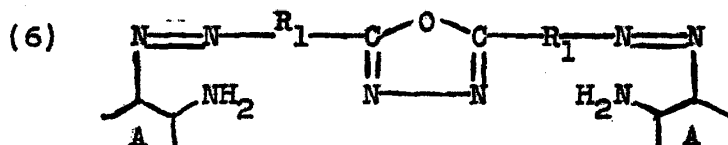
Un ácido p-aminearilcarboxílico, o un ácido arilcarboxílico que contiene en posición para con respecto al grupo de ácido carboxílico un substituyente transformable en un grupo amino, es condensado, eventualmente en forma del halogenuro de ácido, con una hidrazina, y se produce el cierre de anillo en el oxdiazol. Después de que el mencionado substituyente, siempre que éste exista, ha quedado transformado en el grupo amino (por ejemplo, reducido un grupo nitro), el aminocompuesto es diazotado y el diazocompuesto es copulado con un aminoarilcompuesto que copula en posición vecina al grupo amino.

Finalmente, en el compuesto obtenido de este modo y que contiene un grupo azo que está enlazado bilateralmente con núcleos de arilo exentos de grupos oxi, de los cuales uno presenta un grupo amino en posición vecina al grupo azo, y el otro está enlazado en posición para con respecto al grupo azo con un anillo de oxdiazol, la agrupación amineazoica es oxidada en el anillo de triazol.

Lo que se ha dicho en conexión con la forma de realización mencionada en primer lugar, particularmente los datos



sobre la selección de las materias de partida, aquí es válido, asimismo, según su sentido. De ello resulta que se recurre, para la oxidación en triazoles, ventajosamente a compuestos que responden a las siguientes fórmulas:



5 En estas fórmulas, A, R₁, R₂ y n tienen la significación ya indicada anteriormente.

La oxidación en los triazoles puede ser llevada a cabo de modo conocido, por ejemplo con compuestos de cobre y, ventajosamente, con tetraminas de cobre; puede efectuarse también con hipoclorito sódico. Del mismo modo pueden llevarse a cabo todas las demás reacciones necesarias para la preparación de las materias finales del procedimiento, así como también de las materias de partida, según los métodos usuales conocidos.

15 Los nuevos oxidazolcompuestos que presentan la composición transcrita al principio, son apropiados para la mejora de las propiedades ópticas, por regla general para el acera óptico de los materiales más diversas, a cuyo efecto pueden ser ennoblecidos, particularmente los materiales orgánicos y entre éstos, ante todo materiales textiles, de una manera valiosa.

20

226702

8

14



5 La aplicación de los compuestos fluorescentes que sirven para el aclarado, puede tener lugar impregnando el material a ennoblecer con soluciones, particularmente acuosas, o dispersiones de los compuestos, y secando después del centrifugado o exprimido. Además de las soluciones acuosas citadas, entran en consideración para el ennoblecimiento según la invención, también soluciones en disolventes orgánicos. Además, es posible tratar materiales con los compuestos en forma dispersada, por ejemplo con dispersiones que han sido obtenidas con dispersantes como jabones, materias jabonosas, éteres poliglicólicos de alcoholes grasos, lejía residual de sulfito, o productos de condensación de ácidos naftalinsulfónicos con formaldehído.

15 Se puede aplicar los compuestos apropiados como medios aclaradores, también en el transcurso del procedimiento de preparación de los materiales a ennoblecer, agregándolos, por ejemplo a una masa papelera, o a una solución de viscosa destinada para la producción de películas o de filamentos o, además, a otra masa de hilatura, por ejemplo de una poliamida sintética lineal, o a una solución de acetilcelulosa destinada para la hilatura.

20 Los compuestos que sirven como medios aclaradores también pueden ser utilizados como sigue:

- 25 a) En mezcla con colorantes, o como adición a baños tintóreos, a pastas de estampación, substractivas o de reserva. Además, también para el tratamiento posterior de coloraciones, estampaciones y estampaciones substractivas.
- b) En mezcla con medios de blanqueo químico, o como adición a baños de blanqueo.
- 30 c) En mezcla con medios de apresto, como almidón o aprestos

226702

9

14



sintéticamente accesibles. Los productos según la invención pueden ser adicionados, por ejemplo, asimismo a los baños utilizados para el logro de un apresto contra el arrugamiento.

- 5 d) En combinación con productos para lavar. Los productos de lavado y los medios aclaradores pueden ser añadidos por separado a los baños de lavado a utilizar. También es ventajoso utilizar productos de lavado que contienen incorporados en su mezcla los medios aclaradores. Como
- 10 productos de lavado son apropiados, por ejemplo, jabones, sales de productos de lavado a base de sulfonatos, como por ejemplo bencimidazoles sulfonados, substituídos en el átomo de carbono 2 por radicales alkilo superiores, además sales de ésteres monocarboxílicos del ácido
- 15 4-sulfoftálico con alcoholes grasos superiores, además sales de sulfonatos de alcoholes grasos, ácidos alkil-arilsulfónicos, o productos de condensación de ácidos grasos superiores con ácidos oxí- o aminosulfónicos alifáticos. Además se puede recurrir a productos de lavado
- 20 exentos de iones, por ejemplo éteres poliglicólicos que se derivan de óxido de etileno y alcoholes grasos superiores, alkilfenoles o aminas grasas.

Los productos para lavar de la naturaleza indicada, pueden contener también las adiciones usuales en productos de

25 lavado, como carbonatos alcalinos, fosfatos, pirofosfatos, polifosfatos, metafosfatos, silicatos, perboratos o percarbonatos, siempre que los medios aclaradores sean compatibles con tales adiciones. También es posible preparar productos para lavar que consistan sola y preponderantemente en com-

30 puestos inorgánicos de efecto detergente y en los medios acla



702

radores. La preparación de las mezclas a base de los productos para lavar y de los medios aclaradores ópticos tiene lugar sencillamente por mezclado y/o molido de los componentes. Al efecto, puede ser ventajoso utilizar el uno o el otro de los componentes, para la más fácil dispersión, en estado disuelto o fundido. Por regla general basta con una reducida cantidad de los medios aclaradores ópticos como adición a los productos de lavado. Entran en consideración, por ejemplo, cantidades de 0.1-5%, referidas al producto de lavado. También se puede añadir cantidades menores, por ejemplo de 0.01% o menos aun. También se puede utilizar mezclas con otros medios aclaradores conocidos.

El empleo de los medios para lavar tiene lugar según los procedimientos de lavado usuales. De esta manera, los materiales a limpiar pueden ser lavados y aclarados al mismo tiempo.

Como materiales que pueden ser ennoblecidos en sus propiedades ópticas, se cita los siguientes:

- A) Materiales textiles muy en general, los cuales pueden estar presentes en cualquier forma, por ejemplo como fibras, filamentos, hilos, tejidos o géneros de punto, o como fieltro, y todos los artículos fabricados a base de los mismos; tales materiales textiles pueden consistir en: materiales naturales de origen animal, como lana, seda, pero ante todo materiales que contienen celulosa, como algodón, cáñamo, lino, yute y ramio, además en materiales semisintéticos, como celulosa regenerada, por ejemplo seda artificial, viscosas, incluso lana celulósica, además en ésteres celulósicos, como butirato celulósico y, particularmente, acetilcelulosa; además en mate-



226702

riales sintéticos o los que son obtenidos mediante poli-condensación, por ejemplo poliamidas, como Nylon o "Perlon.

5 B) Materias fibrosas de otra naturaleza y que no son mate-
rias textiles, pudiendo ser de origen animal, como plu-
mas, pelos, además pieles curtidas o sin curtir, y cueros
obtenidos a base de estos últimos mediante curtición na-
tural o química, así como artículos fabricados a base de
ellos; además aquéllas de origen vegetal, como paja, ma-
10 dera, papilla de madera o materiales fibrosos que consig-
ten en fibras condensadas, como papel, cartón o madera
prensada, así como artículos fabricados a base de esta
última.

15 C) Materias artificiales muy en general, las cuales pueden
estar presentes en cualquier forma, por ejemplo como pol-
vo, película, laca, resina, o piezas prensadas; además
coloides naturales o sintéticos, como gelatina o almidón,
goma natural o sintética, vidrios producidos sintética-
mente, o bien emulsiones fotográficas, así como pelícu-
las o papeles fabricados a base de estas últimas, otras
20 materias de origen orgánico natural o sintético, como
aceites, grasas, así como hidratos de carbono destinados
para finalidades de alimentación, por ejemplo harina,
azúcar, etc., o, finalmente, preparaciones cosméticas,
como productos para el cuidado de los dientes y del cabe-
25 llo, o medios de protección contra el sol.

Si se utiliza los nuevos oxdiazolcompuestos en combi-
nación con otros medios ennoblecedores, por ejemplo combina-
dos según los métodos reseñados bajo a) a d), entonces este
tratamiento combinado tiene lugar ventajosamente con ayuda de
30 preparaciones adecuadas. Estas preparaciones estables se ca-



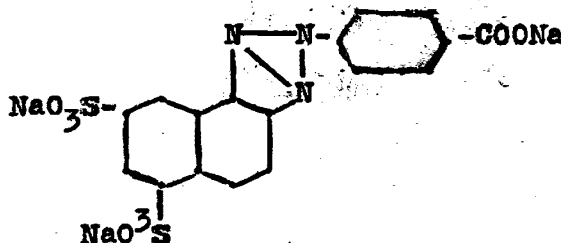
226702

racterizan porque contienen compuestos de la composición indicada al principio, por ejemplo aquéllos de fórmula (4), así como ulteriores medios para el tratamiento de textiles, por ejemplo colorantes, medios de blanqueo químico, medios de apresto o, particularmente, productos de lavado.

En los siguientes ejemplos, en tanto que no se observe otra cosa, las partes significan partes en peso, los tantos por ciento porcentajes en peso, y las temperaturas están indicadas en grados Celsius.

10 E J E M P L O 1 .

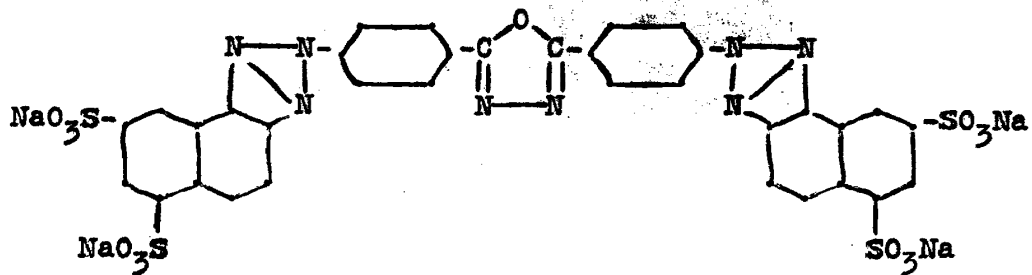
Se adiciona a una solución de 6.5 partes de sulfato de hidrazina en 190 partes de Oleum (27% de SO_3), bajo agitación y enfriamiento, 52 partes de la sal trisódica del ácido 4-5,7'-disulfonafto-1',2':4,5-triazolil-(2)7-benzoico de fórmula



paulatinamente y de tal modo que la temperatura no pase de 30° . Seguidamente se lleva la temperatura, dentro de 30 minutos a 65° y se agita a continuación durante 8 horas a $65-70^\circ$. Se deja enfriar, se vierte la solución pardo oscura en agua helada y se neutraliza con solución de hidróxido sódico al 30%, enfriando de modo que la temperatura no exceda de 30° . Seguidamente se calienta a $70-80^\circ$, se filtra de reducidas impurezas y se precipita el filtrado mediante cloruro sódico. Después del enfriamiento, filtración por aspiración y secado del material de filtración, se obtiene el producto de condensación de fórmula



226702



como polvo claro, ligeramente coloreado de amarillo, el cual resulta soluble en agua. La solución acuosa, expuesta a los rayos ultravioleta, presenta fluorescencia azulada.

Si en lugar del ácido 4- β ,7'-disulfonafto-1',2':4,5-triazolil-(2)]-benzoico antes mencionado, se utiliza cantidades equimoleculares de ácido 4- β ,6'-disulfonafto-1',2':4,5-triazolil-(2)]-benzoico, de ácido 4- β '-sulfonafto-1',2':4,5-triazolil-(2)]-benzoico, o de ácido 4- β '-sulfonafto-1',2':-4,5-triazolil-(2)]-benzoico, entonces se llega a productos con propiedades similares.

El ácido 4- β ,7'-disulfonafto-1',2':4,5-triazolil-(2)]-benzoico utilizado como materia de partida, puede ser obtenido por diazotación de ácido p-amino-benzoico, copulación con ácido 2-aminonaftalin-5,7-disulfónico y ebullición del colorante obtenido con solución de sulfato de cobre amoniacal.

EJEMPLO 2.

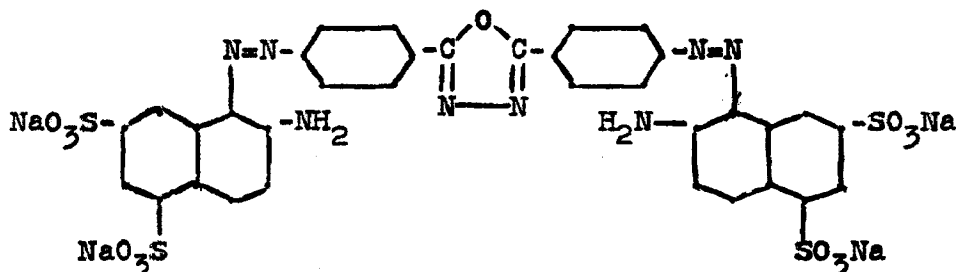
25.2 partes de 2,5-bis- β '-aminofenil-(1')] -1,3,4-oxdiazol son tetrazotadas a 0-2° en 250 partes de agua helada y 50 partes en volumen de ácido clorhídrico concentrado, con 50 partes en volumen de solución 4n de nitrito sódico. Al cabo de una hora la solución tetrazoica es agitada durante 10 minutos con un poco de carbón de sangre y filtrada de reducidas impurezas. Se adiciona a 0-3°, a gotas y dentro de 30



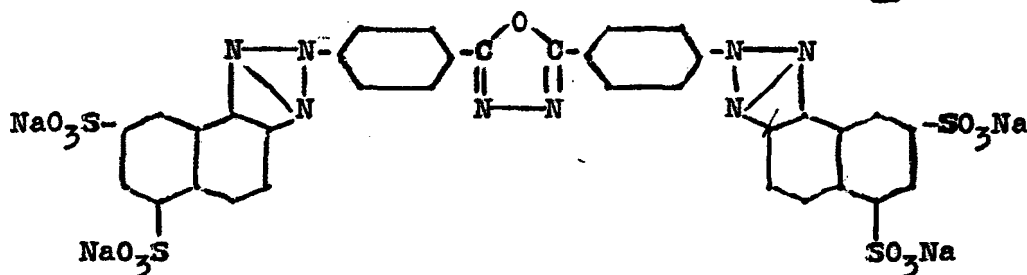
26702

14

mintos, la solución tetrazoica a una solución neutra de 60.6 partes de ácido 2-aminonaftalin-5,7-disulfónico en 250 partes de agua. Seguidamente se hace desaparecer la reacción ácida al congo, por adición a gotas de solución de acetato sódico, y se sigue agitando aun durante 16 horas a 20°. Después de terminada la copulación, el colorante obtenido es segregado completamente con cloruro sódico, filtrado y el material de filtración es purificado por repetida disolución en agua, precipitado mediante sal y secado del material de filtración. El colorante, de color rojo escarlata, de fórmula



es disuelto en caliente en 1000 partes de agua y oxidado por ebullición durante 7 horas con 120 partes de sulfato de cobre cristalizado, en presencia de 240 partes en volumen de solución de hidróxido de amonio al 20%, en el ditriazolcompuesto. Después del enfriamiento el ditriazolcompuesto es separado con cloruro sódico, filtrado, y el material de filtración es descuprificado a 80-85°, para su purificación ulterior, en 2000 partes de agua caliente por adición de 100 partes en volumen de solución de hidróxido sódico al 30%. Se filtra en caliente y se segrega del filtrado el ditriazolcompuesto, por adición de cloruro sódico. Se agita en frío, se filtra y se seca el material de filtración. El ditriazolcompuesto de fórmula

226702¹⁴

forma un polvo claro, ligeramente coloreado de amarillo, cuya solución acuosa, expuesta a los rayos ultravioletas, presenta fluorescencia azulada.

Si en lugar del ácido 2-aminonaftalin-5,7-disulfónico
 5 antes citado, se utiliza cantidades equimoleculares de ácido 2-aminonaftalin-3,6-disulfónico, de ácido 2-aminonaftalin-5-sulfónico, de ácido 2-aminonaftalin-6-sulfónico, o de ácido 2-aminonaftalin-7-sulfónico, se llega a productos con similares propiedades.

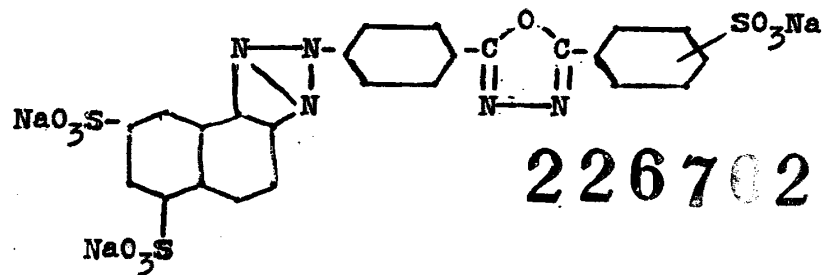
10 El 2,5-bis- $\sqrt{4}$ '-aminofenil-(1')]-1,3,4-oxdiazol mencionado al principio, puede ser preparado según las indicaciones de la patente francesa N^o 1 080 106, ejemplo 8, párrafo 3 y siguientes.

E J E M P L O 3 .

15 Se adiciona paulatinamente en 190 partes de Oleum (27% de SO₃), bajo agitación y enfriamiento, 13.6 partes de monohidrazida de ácido benzoico y 52 partes de la sal trisódica del ácido 4- $\sqrt{5}$ ',7'-disulfonafto-1',2':4,5-triazolil-(2)]-benzoico de tal modo que la temperatura no exceda de 30°.

20 Seguidamente se lleva la temperatura dentro de 30 minutos a 65° y se agita a continuación durante 12 horas a 65-70°. Se deja enfriar, se vierte la solución reaccional parda en agua helada y se neutraliza con solución de hidróxido sódico al 30% bajo enfriamiento, de manera que la temperatura no

25 rebase de 30°. Seguidamente se calienta a 70-80° y, el producto de condensación, de fórmula



es segregado con cloruro sódico. Después de enfriamiento, filtración por aspiración y secado del material de filtración, se obtiene un polvo claro, cuya solución acuosa, expuesta a los rayos ultravioleta, presenta fluorescencia azulada.

5

Si en lugar del ácido 4- $\sqrt{5}$ ' $\sqrt{7}$ '-disulfonafto-1',2':-4,5-triazolil-(2) $\sqrt{7}$ -benzoico antes indicado se emplea cantidades equimoleculares de ácido 4- $\sqrt{3}$ ' $\sqrt{6}$ '-disulfonafto-1',2':4,5-triazolil-(2) $\sqrt{7}$ -benzoico, de ácido 4- $\sqrt{5}$ '-sulfonafto-1',2':4,5-triazolil-(2) $\sqrt{7}$ -benzoico, de ácido 4- $\sqrt{6}$ '-sulfonafto-1',2':4,5-triazolil-(2) $\sqrt{7}$ -benzoico, o de ácido 4- $\sqrt{7}$ '-sulfonafto-1',2':-4,5-triazolil-(2) $\sqrt{7}$ -benzoico, entonces se llega a productos con similares propiedades.

10

Se llega igualmente a productos con propiedades similares si se utiliza, en vez de la monohidrazida del ácido benzoico antes mencionada, cantidades equimoleculares de monohidrazida de ácido p-clorobenzoico, monohidrazida de ácido p-metoxi-benzoico, monohidrazida de ácido o-metoxi-benzoico, o monohidrazida de ácido cinámico.

15

E J E M P L O 4 .

20

En 190 partes de Oleum (27% de SO_3) son adicionadas, bajo agitación y enfriamiento, 9.7 partes de dihidrazida de ácido tereftálico y 52 partes de la sal trisódica del ácido 4- $\sqrt{5}$ ' $\sqrt{7}$ '-disulfonafto-1',2':4,5-triazolil-(2) $\sqrt{7}$ -benzoico, tan despacio que la temperatura no excede de 30° . Seguidamente se lleva la temperatura dentro de 30 minutos a 65° y a continua-

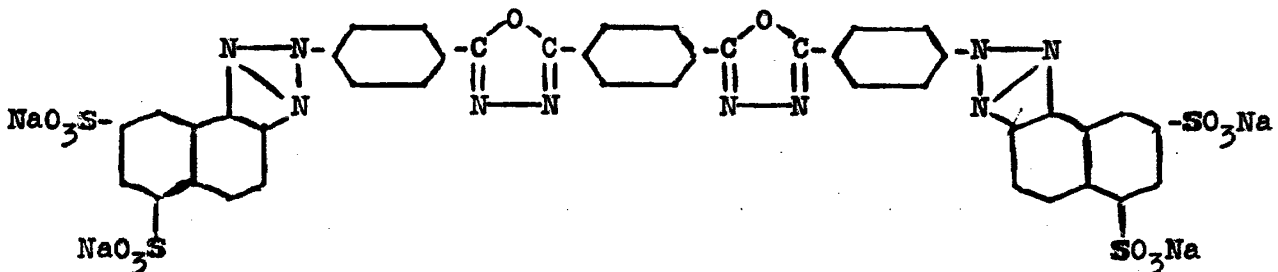
25



226702

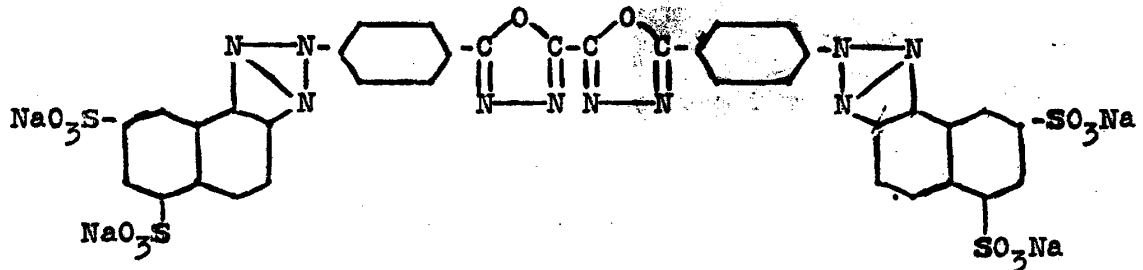
ción se agita durante 12 horas a 65-70°. Se deja enfriar, se vierte la solución reaccional parda clara en agua helada, y se neutraliza con solución de hidróxido sódico al 30% bajo enfriamiento, de modo que la temperatura no exceda de 30°.

- 5 Después se calienta a 70-80°, se filtra de reducidas impurezas y se segrega el filtrado con cloruro sódico. Después de enfriamiento, filtración por aspiración y secado del material de filtración, se obtiene el producto de condensación de fórmula



- 10 como polvo claro cuya solución acuosa, expuesta a los rayos ultravioleta, presenta fluorescencia azulada.

Si en lugar de la dihidrazida de ácido tereftálico antes citada se emplea 5.9 partes de dihidrazida de ácido oxálico, entonces se obtiene el producto de fórmula



- 15 como polvo claro, ligeramente amarillento, de similares propiedades.

Se llega igualmente a productos con propiedades similares, si en vez del ácido 4- $\sqrt{5}$,7'-disulfonafto-1',2':4,5-triazolil-(2)7-benzoico se utiliza una cantidad equimolecular de ácido 4- $\sqrt{3}$,6'-disulfonafto-1',2':4,5-triazolil-(2)7-benzoico.



226702

EJEMPLO 5.

Se trata durante 30 minutos a 50°, hilo de algodón no
teñido, con una proporción de baño de 1:30, en un baño que
contiene 0.05 g del compuesto preparado con arreglo al ejem-
5 plo 1, por litro. Después del enjuagado y secado, el hilo así
tratado presenta un contenido blanco más elevado que el corres-
pondiente material no tratado.

EJEMPLO 6.

10 A un baño a base de hipoclorito sódico que contiene
2 g de cloro activo por litro, se adiciona 0.1-0.5 g del com-
puesto obtenido según el ejemplo 2, por litro. El material
celulósico tratado en este baño, aparece más blanco que el
material que ha sido tratado sin adición del compuesto indi-
15 cado.

EJEMPLO 7.

Se trata durante 1 hora a 85°, material textil no
teñido, a base de fibras de poliamida sintética, por ejemplo
Nylon o Perlon, con una proporción de baño de 1:40, en un ba-
20 ño que contiene 0.4 g de ácido fórmico y 0.2 g del compuesto
descrito en el ejemplo 3, por litro. Después del enjuagado y
secado, el material textil así tratado, presenta un aspecto
más blanco que el correspondiente, tratado sin este compuesto.

EJEMPLO 8.

25 Se mezcla la sal sódica del ácido 2-heptadecil-N-bencil-
-bencimidacil-disulfónico con 0.1-0.5% del compuesto descrito
en el ejemplo 4. El algodón no teñido, lavado de modo usual
con la mezcla descrita, presenta un aspecto más claro que el
algodón que ha sido lavado con la antes citada sal sódica del
30 ácido 2-heptadecil-N-bencilbencimidacil-disulfónico sola.

EJEMPLO 9.

226702

A una masa papelera que contiene 100 partes de celulosa de sulfito blanqueada, se le adiciona en el molino holandés, primero 2 partes de cola resinosa y, al cabo de 15 minutos, 0.5 parte del compuesto obtenible según el ejemplo 1. Después de otros 15 minutos más se adiciona 3 partes de sulfato de aluminio. La masa papelera tratada de este modo, llega entonces por la cuba mezcladora a la máquina papelera.

El papel fabricado de esta manera presenta, a comparación con un papel que no recibe la adición del compuesto según el ejemplo 1, un contenido blanco más elevado.

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

=oOo=

N O T A

Descrito el objeto del invento, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad suíza N° 16 050 de 15 Febrero 1955.

1. Procedimiento para la preparación de nuevos oxidazolecompuestos fluorescentes, caracterizado porque, en ácidos arilcarboxílicos que presentan en posición para con respecto al grupo de ácido carboxílico un grupo amino diazotable, o un substituyente que contiene nitrógeno, transforma-

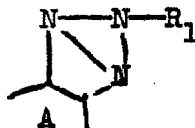


226 702

14

ble en un tal grupo amino, por una parte se diazota el grupo amino, eventualmente después de la transformación del sustituyente mencionado en un grupo amino primario, porque se copula los diazocompuestos con aminoarilcompuestos exentos de grupos oxi y que copulan en posición vecina al grupo amino, porque se oxida las agrupaciones o-aminoazeicas así formadas, en anillos de triazol, y porque, por otra parte se lleva a cabo, en los grupos de ácido carboxílico, una condensación con hidrazinas, y cierres de anillos oxdiazólicos con medios que disocian agua.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se lleva a cabo, en compuestos de fórmula



en la cual significan

A un radical arilo exento de grupos oxi, condensado del modo indicado por los trazos indicadores de valencias con un anillo de triazol, y

R₁ un radical arilo que contiene en posición para con respecto al enlace con el anillo de triazol un grupo de ácido carboxílico, en caso dado funcionalmente modificado, una condensación con hidrazinas, y cierres de anillos oxdiazólicos, con medios que disocian agua.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque, en compuestos que contienen grupos azo que están enlazados bilateralmente con núcleos de arilo, exentos de grupos oxi, uno de los cuales presenta, en posición vecina al grupo azo un grupo amino, y el otro está enlazado en posición para con respecto al grupo azo a un anillo oxdiazólico, se



226702

14

oxida las agrupaciones o-aminoazoicas en anillos de triazol.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque las materias de partida son ácidos aminocarboxílicos de la serie de los bencenos, o bien compuestos que responden a la fórmula de la reivindicación 2, en la cual R_1 significa un radical de benceno, o bien azocompuestos cuyo grupo azo está enlazado con un núcleo bencénico que presenta en posición para con respecto al grupo azo un radical oxidiazol.

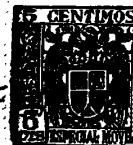
5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque las materias de partida son compuestos de la composición indicada, los cuales contienen radicales de fórmula



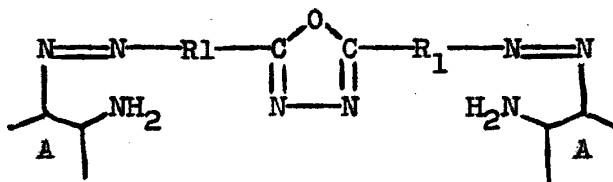
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizados porque las materias de partida son ácidos 2-aminonaftalinsulfónicos que copulan en posición 1, o bien compuestos que responden a la fórmula de la reivindicación 2, en la cual A significa un radical de naftalina que contiene grupos de ácido sulfónico, condensado en posiciones 1,2 con el anillo de triazol, o bien azocompuestos que contienen en una de las posiciones 1 y 2 radicales de naftalina que presentan grupos de ácido sulfónico, enlazado con el grupo azo y en la otra de estas dos posiciones un grupo amino.

7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque las materias de partida son compuestos de la composición indicada, cuyos núcleos de naftalina están substituídos por dos grupos de ácido sulfónico.

8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque se condensa bilateralmente hidra-

226 702¹⁴ F

zina no substituída, con ácidos carboxílicos de la composición indicada, o bien se oxida compuestos de la composición reseñada en la reivindicación 3, los cuales corresponden a la fórmula

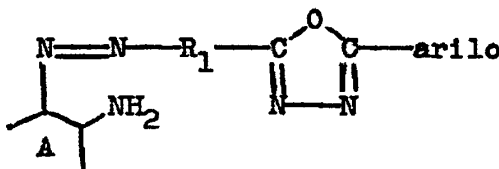


5 en la cual significan

A un radical arilo exento de grupos oxi, y

R₁ un radical arilo enlazado en posición para con el grupo azo y con el anillo de oxidiazol.

9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque se condensa unilateralmente monoarcoilmonohidrazinas con un ácido carboxílico de la composición indicada, o bien se oxida compuestos de la composición indicada en la reivindicación 3, que corresponden a la fórmula



en la cual significan

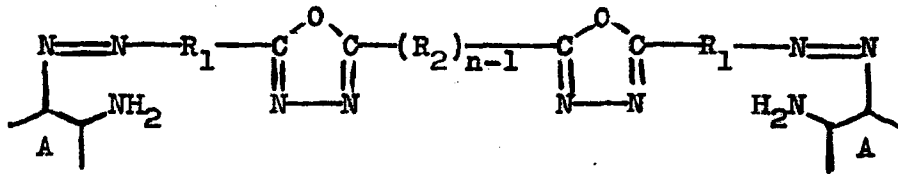
15 A un radical arilo exento de grupos oxi, y

R₁ un radical arilo enlazado en posición para con el grupo azo y con el anillo de oxidiazol.

10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque se condensa bilateralmente dihidrazidas de ácido dicarboxílico con ácidos carboxílicos de la composición indicada, o bien se oxida compuestos de la composición indicada en la reivindicación 3, los cuales corresponden a la fórmula



-23-

226702¹⁴

en la cual significan

- A un radical arilo exento de grupos oxí;
- R₁ un radical arilo enlazado en posición para con el grupo azo y con el anillo de oxdiazol;
- 5 R₂ cualquier radical, preferentemente un radical benceno enlazado en posición para con los anillos de oxdiazol, y
- n un número entero que vale a lo sumo 2.

11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1, 2 y 3 a 10, caracterizado porque el medio disociador de agua para el cierre del anillo, es un medio sulfonador, preferentemente un ácido sulfúrico que contiene trióxido de azufre libre.

12. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2 a 10, caracterizado porque la oxidación se efectúa con compuestos de cobre, particularmente con tetraminas de cobre.

13. Procedimiento para la preparación de nuevos oxdiazolcompuestos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de veintitres hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, a 14 de Febrero de 1956.

CIBA SOCIETE ANONYME

p. a.

JAIME ISERN MIRALLES

P. P.

tr:jpt
O.mo