

AÑO 1958

Expediente núm.



245220

# REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

**PATENTE DE** I N V E N C I Ó N

**MEMORIA DESCRIPTIVA**

*que se acompaña a la solicitud de*

una **PATENTE DE INVENCIÓN** por 20 años, en España

*a favor de*

UNILEVER N.V., de nacionalidad

holandesa domiciliado en ROTTERDAM (Holanda)

calle de Museumpark núm. 1

*por:*

«PROCEDIMIENTO PARA EL ACLARADO ÓPTICO DE TEXTILES»

Nº 10242

Agente Sr. JAIME ISERN MIRALLES



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

por "PROCEDIMIENTO PARA EL ACLARADO ÓPTICO DE TEXTILES", a favor de la firma holandesa UNILEVER N.V., domiciliada en Museum-park 1, ROTTERDAM (Holanda).

- / -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a nuevos agentes aclaradores ópticos fluorescentes para el tratamiento de textiles, a procedimientos para su uso y a composiciones detergentes que los contienen.

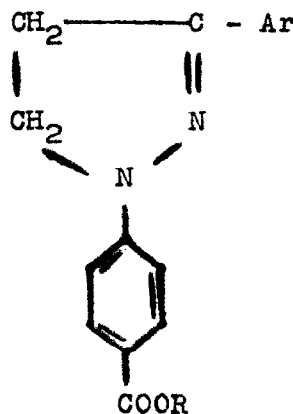
5. Son conocidos muchos compuestos que son substantivos a las fibras textiles en un grado tal que pueden ser recogidos de soluciones detergentes acuosas que los contienen y los cuales son substancialmente incoloros sobre las fibras textiles pero fluorescen bajo la luz ultravioleta, aumentando así el brillo
10. de los textiles lavados bajo las condiciones de alumbrado ordi-



narias. Ahora se ha encontrado que ciertos nuevos derivados de pirazolina, según se define a continuación, tienen propiedades de esta clase particularmente valiosas.

Por tanto, esta invención proporciona nuevos derivados de pirazolina de la siguiente fórmula general

5.



10.

en la cual R es un grupo alkilo con 1 a 4 átomos de carbono o un grupo fenilo y Ar es un grupo fenilo substituído por un átomo de cloro o bromo en la posición para, o por dos de tales átomos, de los cuales uno se encuentra en la posición para. El término "grupo alkilo" es utilizado en la presente de modo que incluye los grupos monohidroxi-alkilo.

15.

La invención también proporciona un procedimiento para el aclarado óptico de textiles en los que se aplica un derivado de pirazolina según se ha definido anteriormente, a los textiles a partir de una dispersión en un medio adecuado; también proporciona una composición detergente que contiene un derivado de pirazolina tal como ha sido definido anteriormente.

20.

Los derivados de pirazolina de acuerdo con la invención, que han resultado ser particularmente eficaces en el aclarado óptico de textiles, son los siguientes:



1-(p-metoxicarbonilfenil)-3-(p-clorofenil)- $\Delta^2$ -pirazolina,  
1-(p-etoxicarbonilfenil)-3-(p-clorofenil)- $\Delta^2$ -pirazolina,  
1-(p-metoxicarbonilfenil)-3-(3:4-diclorofenil)- $\Delta^2$ -pirazolina.

5. Los derivados de pirazolina de acuerdo con la invención pueden ser preparados por varios métodos. Un método que está ilustrado en el ejemplo 1 más adelante, es la condensación de una cetona del tipo  $Ar.CO.CH_2CH_2NR^1R^2$ , en la cual  $R^1$  y  $R^2$  son grupos alkilo inferiores, con un ácido hidrazinbenzoico, seguida de esterificación.
10. Los derivados de pirazolina según el invento pueden ser aplicados a textiles desde una dispersión en cualquier líquido adecuado, tal como agua. Cuanto más fino sea el estado de dispersión mejores son los resultados obtenidos, y el líquido puede contener cualesquiera agentes dispersantes adecuados. El líquido también puede contener otros agentes para el tratamiento de textiles. En particular, los compuestos pueden ser aplicados ventajosamente en forma de una dispersión en una solución acuosa detergente en un proceso normal de lavado y, tal como se ha
15. indicado anteriormente, la invención proporciona una composición detergente que contiene un derivado de pirazolina de acuerdo con la invención, utilizable en un tal procedimiento.
20. Las composiciones detergentes pueden estar basadas en un jabón o un detergente orgánico sintético. Se puede utilizar cantidades de aproximadamente 0.001% hasta alrededor de 1% del derivado de pirazolina de la invención, en peso de la composición detergente. Se prefiere utilizar de 0.01% a 0.1%. Para
25. obtener los mejores resultados, el derivado de pirazolina según el invento ha de estar finamente dispersado en tal composición detergente. En el caso de una composición detergente en forma pulverulenta, preparada por secado mediante atomización de una le-
- 30.



chada, por ejemplo, el derivado de pirazolina es, preferiblemente, dispersado finamente en la lechada que ha de ser secada por atomización. Tal dispersión puede ser obtenida convenientemente añadiendo el derivado de pirazolina a la lechada en forma de una solución en etanol u otro disolvente adecuado.

5.

Los derivados de pirazolina del invento y las composiciones detergentes que los contienen son particularmente útiles para el tratamiento de nylon, seda y rayon al acetato.

Los siguientes ejemplos ilustran la invención.

10. E J E M P L O 1.

(a) Preparación de 1-(p-metoxicarbonilfenil)-3-(p-clorofenil)- $\Delta^2$ -pirazolina.

Se hierve bajo reflujo durante 3 horas una mezcla de clorhidrato de p-cloro-beta-dimetilaminopropiofenona (5.0 g)  $\Delta$ Preparado por el método de Dhont y Wibaut, Rec. Trav. Chim., 1944, 63, 817, ácido p-hidrazinbenzoico (3.0 g), carbonato sódico anhidro (4 g), agua (50 cc) y alcohol (10 cc). La solución enfriada es filtrada y el residuo (placas amarillo-limón) es lavado con un poco de alcohol. Rendimiento 5.0 g, 77%. Una solución de esta sal sódica (2.0 g) en agua hirviente (200 cc) es acidificada con ácido acético y enfriada. El ácido precipitado es recristalizado de piridina acuosa como agujas amarillo pálido, punto de fusión 270-271°C.

15.

20.

25.

El ácido (1.0 g) es hervido al reflujo durante 14 horas en una mezcla de metanol (50 cc) y cloroformo (20 cc) que contiene ácido sulfúrico concentrado (0.5 cc). La fracción neutra, elaborada de la manera usual, proporciona el éster metílico (0.75 g) que se separa de una mezcla de metanol y cloroformo en placas amarillo pálido, punto de fusión 162-163°C. (Encontrado: C, 64.7; H, 4.9; N, 8.7; Cl, 11.3%.

30.

El  $C_{17}H_{15}N_2ClO_2$  requiere: C, 64.9; H, 4.8; N, 8.9; Cl, 11.3%.



5. (b) Se lava un trozo de ensayo de nylon blanco, tres veces durante tres minutos a 40°C en un baño acuoso que contiene 0.4% en peso de un detergente en polvo y 1.6 partes por mol en peso (0.04% basado en el polvo) de 1-(p-metoxicarbonilfenil)-3-(p-clorofenil)- $\Delta^2$ -pirazolina, que ha sido dispersada en el baño desde una solución en etanol, a una proporción de licor a baño de 40 a 1.

El trozo de ensayo es enjuagado dos veces a 40°C y secado después de cada lavado.

10. Después de este tratamiento el trozo de ensayo aparece mucho más blanco a la luz del día que un trozo de ensayo de control lavado en ausencia de agente aclarador óptico fluorescente bajo condiciones por lo demás idénticas.

EJEMPLOS 2 a 7.

15. Se prepara los siguientes derivados de pirazolina por el método del ejemplo 1, con las variaciones de detalle indicadas, si es que las hay. Cuando son ensayados por el método del ejemplo 1 dan resultados similares.

EJEMPLO 2.

20. 1-(p-etoxicarbonilfenil)-3-(p-clorofenil)- $\Delta^2$ -pirazolina.

EJEMPLO 3.

1-(p-n-butoxicarbonilfenil)-3-(p-clorofenil)- $\Delta^2$ -pirazolina.

25. EJEMPLO 4.

1-(p-metoxicarbonilfenil)-3-(p-bromofenil)- $\Delta^2$ -pirazolina.

EJEMPLO 5.

30. 1-(p-hidroxietilcarbonilfenil)-3-(p-clorofenil)- $\Delta^2$ -pirazolina.



Ésta es preparada a partir del éster metílico del ejemplo 1 por transesterificación con etilenglicol en presencia de metóxido sódico.

E J E M P L O 6.

5. 1-(p-fenoxicarbonilfenil)-3-(p-clorofenil)- $\Delta^2$ -pirazolina.

Ésta es preparada a partir del cloruro ácido del ácido apropiado (ver ejemplo 1) y fenol.

E J E M P L O 7.

10. 1-(p-metoxicarbonilfenil)-3-(3:4-diclorofenil)- $\Delta^2$ -pirazolina.

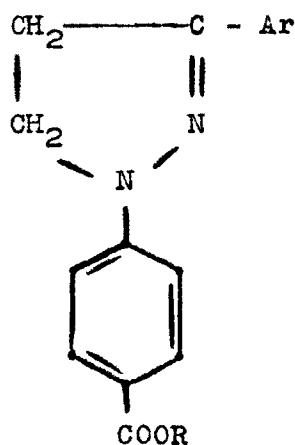
15. La invención, dentro de su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, realizarse con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.



## N O T A

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad inglesa número 33.870 del 30 de Octubre de 1957.

5. 1. Procedimiento para el aclarado óptico de textiles, caracterizado porque dichos textiles son puestos en contacto con una dispersión en un medio líquido de un derivado de pirazolina de fórmula general



10. en la que R es un grupo alquilo de 1 a 4 átomos de carbono o un grupo fenilo, y Ar es un grupo fenilo substituído por un átomo de cloro o bromo en la posición para, o por dos de tales átomos, uno de los cuales se encuentra en la posición para.

15. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque R es metilo y Ar es p-clorofenilo.
3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque R es etilo y Ar es p-clorofenilo.



4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque R es metilo y Ar es 3:4-diclorofenilo.

5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el medio líquido es una composición detergente que contiene dicho derivado de pirazolina, preferiblemente en una cantidad de 0.001 a 1.0% en peso de la composición.

6. Procedimiento para el aclarado óptico de textiles.

10. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de ocho hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Barcelona para Madrid, a 29 de Octubre de 1958

UNILEVER N.V.

15.

p.a.

JAI ME I SERN

p. p.

tr:mo  
mr.