



265554

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE NUEVOS ACLARADORES OPTICOS", a favor de la firma suiza CIBA-SOCIETE ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

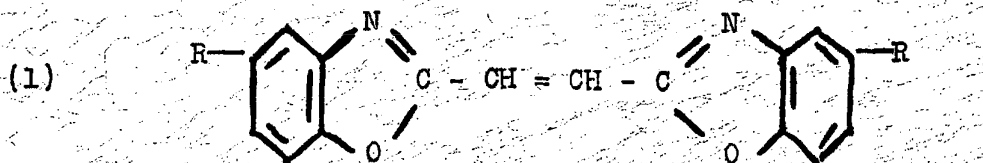
= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

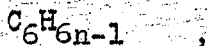
La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de nuevos aclaradores ópticos, más concretamente se refiere la invención a nuevos compuestos alfa,beta-di- $\sqrt{\text{benzoxazolil-(2)}}$ -etilénicos como aclaradores ópticos.

5.

Se ha descubierto que los nuevos alfa,beta-di- $\sqrt{\text{benzoxazolil-(2)}}$ -etilenos de la fórmula



en la que R significa un radical fenilo o ciclohexilo, son aptos, de manera ventajosa, como aclaradores ópticos, en particular para fibras de poliéster. El radical R en la fórmula (1) posee por tanto la composición



5. en que n significa 1 o 2.

Los nuevos compuestos que se han de emplear de acuerdo con este invento, pueden prepararse por procedimientos que son conocidos para la preparación de otros alfa,beta-di- $\sqrt{\text{benzoxazolil-(2)}}$ -etilenos, por ejemplo según el procedimiento de preparación que se expone seguidamente.

10.

Se condensa 3-amino-4-oxi-1,1'-difenilo o 1-oxi-2-amino-4-ciclohexilbenceno, a temperatura elevada y en la relación molecular 2:1, con ácido fumárico, ácido asparágico o, de preferencia, ácido málico o derivados funcionales (por ejemplo ésteres dialkílicos) de estos ácidos y a continuación, sin separación de productos intermedios, se procede con ayuda de catalizadores al cierre del anillo para transponer al compuesto dibenzoxazolílico y, cuando se empleen como materiales de partida ácido málico o ácido asparágico, a la disociación de agua o respectivamente amoníaco

15.

20.



205554

de los radicales de estos ácidos. Como catalizador resulta sumamente apto el ácido bórico, y la reacción se lleva a cabo convenientemente en un disolvente orgánico como el xileno.

5. Los nuevos compuestos alfa,beta-di- $\sqrt{\text{benzoxazolil}}$ - $(2)\sqrt{7}$ -etilénicos de la fórmula (1) que se han de emplear conforme a este invento, son aptos para el aclaramiento óptico de los más diversos materiales, y en particular de los materiales orgánicos. Se logran buenos resultados, por ejemplo, en el aclaramiento de barnices, como los barnices de resinas alifáticas o los barnices de ésteres de nitrocelulosa. Estos compuestos son también aptos para aclarar películas. Además, sirven para aclarar fibras sintéticas, por ejemplo las hechas a base de ésteres de celulosa, como la seda de acetato, el poliacrilonitrilo, la poliamida o el cloruro de polivinilo. Pero resultan valiosos sobre todo para aclarar fibras de poliéster, en particular las de ésteres poliglicólicos de ácido tereftálico. A estas fibras se aplican convenientemente en forma de una dispersión acuosa fina. Tales dispersiones se pueden preparar en concentración elevada, de manera ya de sí conocida, con dispersantes conocidos, por ejemplo los éteres poliglicólicos de alcoholes u o-alkilfenoles de peso molecular elevado, y para el uso se pueden diluir con agua en la medida que se quiera. En las fibras de poliéster, sobre todo, se obtiene con los nuevos aclaradores un efecto aclarador muy estable a la luz.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

En comparación con el alfa,beta-di- $\sqrt{5}$ -metil-benzoxazolil- $(2)\sqrt{7}$ -etileno, ya conocido, los dos nuevos compuestos de la fórmula (1) que se han de emplear conforme a este in-

30.



265554

vento se distinguen por presentar, como aclaradores ópticos para fibras de poliéster, una acción notablemente más intensa.

5. En el ejemplo que sigue, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están registradas en grados Celsius, igual como en la memoria descriptiva que antecede.

E J E M P L O

10. 12 partes de uno de los dos compuestos A y B que más abajo se describen, se elaboran con 12 partes de un producto de adición de unos 30 moles de óxido de etileno a una mezcla de alcoholes grasos saturados, con predominantemente 18 átomos de carbono, y con 76 partes de agua, para formar una pasta finamente dispersa.

15. Fibras de poliéster, por ejemplo "Dacron", que se tratan, en una relación de líquido de 1:30, con 0,2% de una de estas pastas, durante 30 minutos y a temperatura de 60 a 100°, en un baño que contiene por litro 1 cc de amoníaco, se enjuaga luego y se secan, presentan un aspecto más claro que el material no tratado.

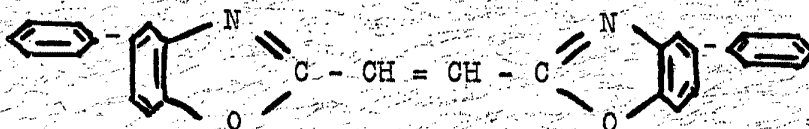
20. El compuesto A puede prepararse de la manera siguiente:

25. 18,5 partes de 3-amino-4-oxi-1,1'-difenilo, 6,7 partes de ácido málico y 0,3 partes de ácido bórico se agitan durante 6 horas, a temperatura de ebullición y en corriente de nitrógeno, con 300 partes de xileno, al mismo tiempo que se separa constantemente con un colector de agua el agua originada. Se deja enfriar y entonces se precipita el
30. alfa,beta-di-[5-fenil-benzoxazolil-(2)]-etileno de la fórmula,



10 M

265554

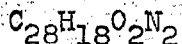


en forma de cristales amarillos.

Rendimiento: 19 partes aproximadamente.

Un preparado recristalizado tres veces en dimetilformamida, funde a temperatura de 256,8 a 257,4° y presenta los siguientes datos analíticos:

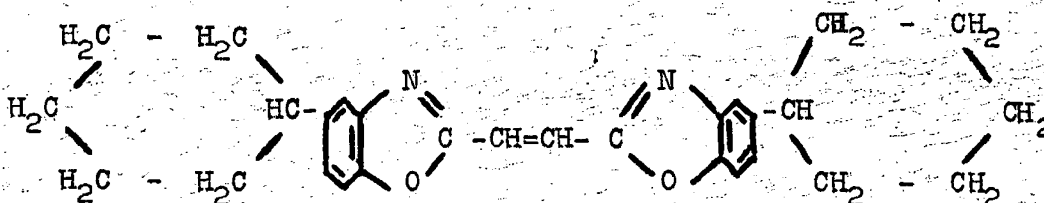
5.



Calculado: C 81,14 H 4,38 N 6,76

Hallado: C 80,71 H 4,28 N 6,71

Si en lugar de 1-oxi-2-amino-4,5-dimetilbenceno se emplean 19,1 partes de 1-oxi-2-amino-4-ciclohexilbenceno, se obtiene el alfa,beta-di- $\sqrt{5}$ -ciclohexilbenzoxazolil-(2)7-etileno (=compuesto B), de la fórmula

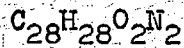




101  
265554

con la misma pureza y aproximadamente el mismo rendimiento.

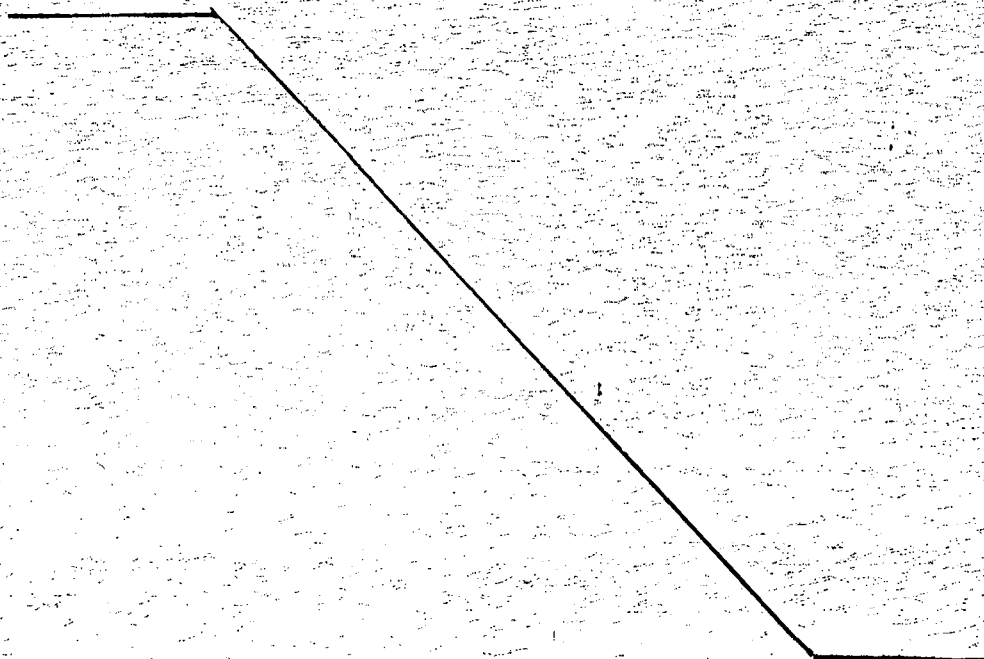
El preparado funde a 205,4-206° y presenta los siguientes datos analíticos:



Calculado: C 79,21 H 6,65 N 6,60

Hallado: C 79,45 H 6,86 N 6,48

5. 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.
- 10.



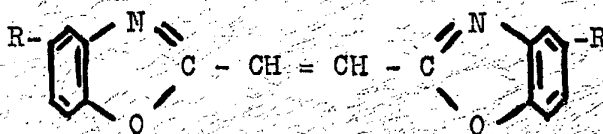


N O T A

265554

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridades suizas nº 2772/60 del 11 de Marzo de 1960 y nº 1068/61 del 30 de Enero de 1961, existiendo en ambas unidad de invención.

- 5. 1. Procedimiento para la obtención de nuevos aclaradores ópticos, caracterizado por el empleo de compuestos alfa,beta-di-[benzoxazolil-(2)]-etilénicos de la fórmula



en la que R significa un radical fenilo o ciclohexilo, en particular para fibras de poliéster.

- 10. 2. Procedimiento para la obtención de nuevos aclaradores ópticos.

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

Madrid, a 10 de Marzo de 1961

CIBA SOCIETE ANONYME

p.a.

J. BERNABALLE

P. P.

15.