

CASE 5544/E

317707

22

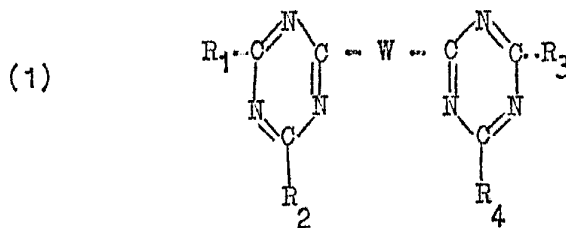


P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA ACLARACIÓN ÓPTICA DE MATERIALES ORGÁNICOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIÉTÉ ANONYME, domiciliada en BASILEA (Suiza).

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a nuevos y valiosos 4,4'-bis-triacetil-estilbenos, de la fórmula general



5.

POOR
QUALITY

317707

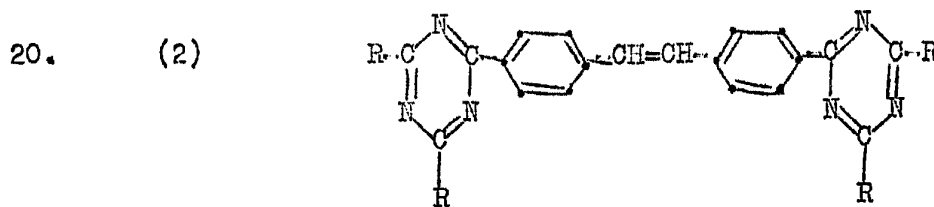
donde

R₁ hasta R₄ son iguales o diferentes y denotan cada uno un radical arílico o aralkenílico o un radical heterocíclico de carácter aromático, mientras que

- 5. W significa un radical estilbónico ligado en posición 4 y 4' a los anillos triacínicos.

- 10. En concepto de radicales arílicos entran en cuenta, por ejemplo, los de la serie naftalínica o, en particular, los de la serie bencénica; en concepto de radicales aralkenílicos, preferentemente los radicales estilílicos, que pueden estar substituídos ulteriormente en el núcleo bencénico; y en concepto de radicales heterocíclicos de carácter aromático, en primer término los radicales piridínicos y luego los radicales furánicos y los radicales tiofénicos.

Entre los nuevos 4,4'-bis-triacinilestilbenos de la fórmula (I) cabe citar particularmente, por ejemplo, los que corresponden a la fórmula





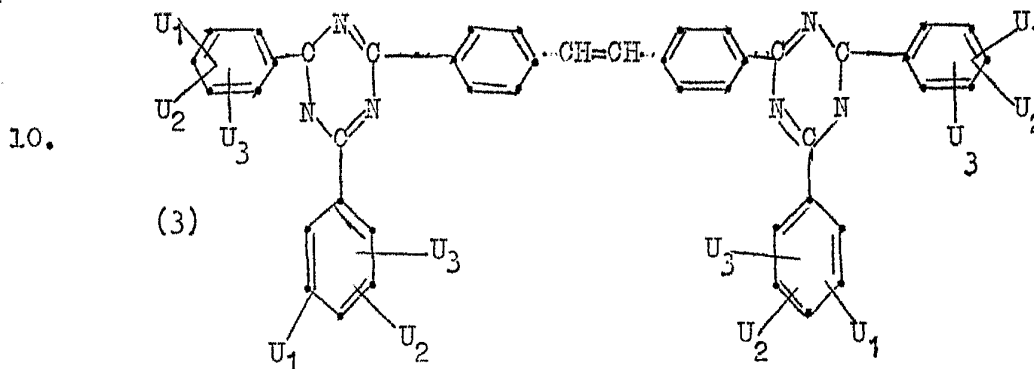
317707

donde

R denota un radical bencénico,

y entre estos derivados de 4,4'-estilbeno cabe destacar sobre todo aquéllos a los que incumbe la fórmula

5.



donde

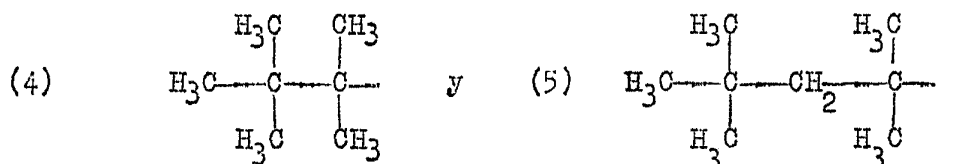
U₁ denota un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno (como fluor o, en particular, cloro), un grupo alifático ramificado o de cadena recta, preferentemente con 10 átomos de carbono a lo sumo, como por ejemplo metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, butilo terciario, isocanilo, n-hexilo, n-octilo, 2-etilhexilo, n-nonilo, n-dodecilo, n-octadecilo o un radical

20.



317707

de las fórmulas

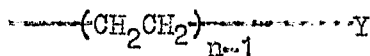


5.

10.

un grupo alcoxi de peso molecular bajo con 4 átomos de carbono a lo sumo, como por ejemplo metoxi, etoxi, n-propoxi, isopropoxi, n-butoxi o butoxi terciario, un grupo fenílico, un grupo de ácido sulfónico libre o neutralizado ($-\text{SO}_3\text{H}$, sal amónica, alcalinometálica, alcalinotérrea o amónica), un grupo de amida de ácido sulfónico, eventualmente substituido orgánicamente en el nitrógeno, o un radical de la fórmula

15.



20.

donde n representa 1 o 2 e Y denota un grupo carboxílico libre o neutralizado (catión $-\text{COO}$) o un grupo de amida de ácido carboxílico, eventualmente substituido orgánicamente en el nitrógeno,

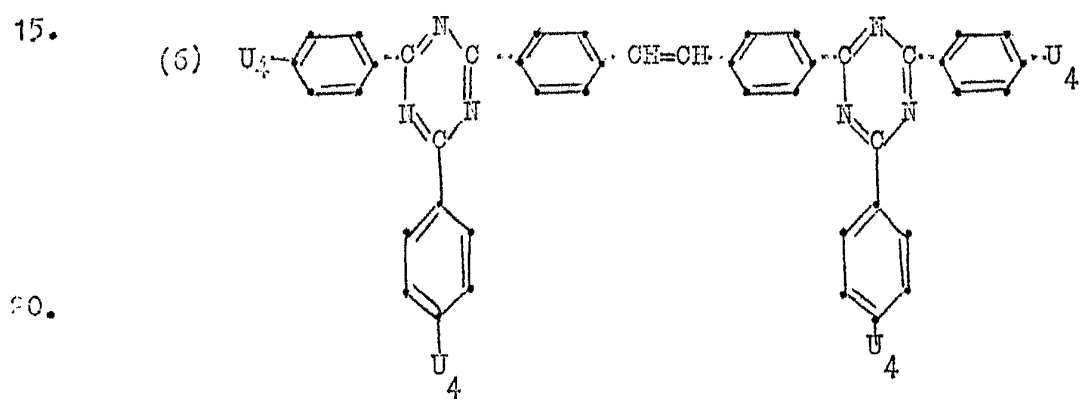


= 5 = 317707

5. U_2 denota un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alifático ramificado o de cadena recta, de preferencia con 10 átomos de carbono a lo sumo, o un grupo alcoxi de peso molecular bajo con 1 a 4 átomos de carbono, y

U_3 denota un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno o un grupo alifático de peso molecular bajo con 4 átomos de carbono a lo sumo.

10. Como compuestos particularmente preferidos en el cuadro de las definiciones anteriores cabe citar los que corresponden a la fórmula



25. y en los que U_4 significa un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alifático que contiene 1 a 8



= 6 =

317707

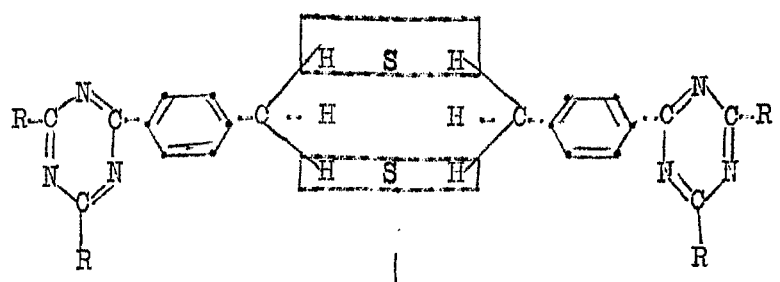
átomos de carbono o un grupo alcoxi que contiene 1 a 4 átomos de carbono. En este caso (o sea en las fórmulas 3 y 6) tienen sobre todo interés práctico, particularmente por motivos de asequibilidad preparatoria, los tipos

5. estructurales simétricamente respecto al enlace doble etilénico central.

Los nuevos compuestos 4,4'-bis-triacinil-estilbénicos de las fórmulas (1), (2), (3) y (6) pueden prepararse por diversos métodos, ya de sí conocidos.

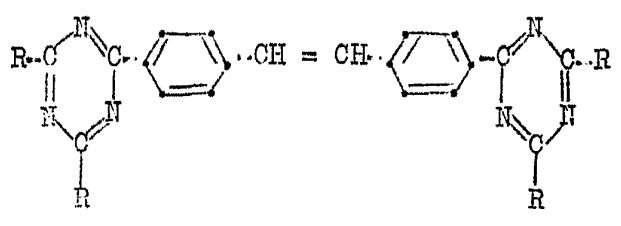
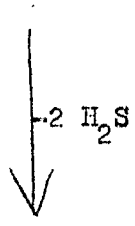
10. A los nuevos 4,4'-bis-triacinil-estilbenos de la composición que se ha indicado puede llegarse, por ejemplo, calentando mezclas de azufre y 1,3,5-triacinas correspondientemente substituidas, que llevan en posición 6 un grupo p-metil-fenílico, a temperaturas superiores a 250°C, y preferentemente de unos 270 a 320°C, hasta que cese el desprendimientos de sulfuro de hidrógeno. Este procedimiento puede representarse esquemáticamente (por ejemplo, para la obtención de los derivados estilbénicos de la fórmula 2) como sigue:

= 7 = 317707



5.

(2)



10.

15.

20.

Un procedimiento propuesto para la preparación de los nuevos compuestos 4,4'-bis-triacinil-estilbénicos consiste, fundamentalmente, en hacer reaccionar en medio anhidro, con ayuda de catalizadores de Friedel-Crafts, como el cloruro de aluminio (o, todavía mejor, cloruro de aluminio y cloruro de tionilo), en la proporción molecular 1:4, haluros (en particular, cloruros) de ácido estilben-4,4'-dicarboxílicos, en presencia de disolventes orgánicos inertes, no polares hasta débilmente polares (como, por ejemplo, o-diclorobenceno o tetracloroetileno), a temperaturas cercanas al punto de ebullición de la mezcla reaccional (o sea de 70 a 130°C aproximadamente), con



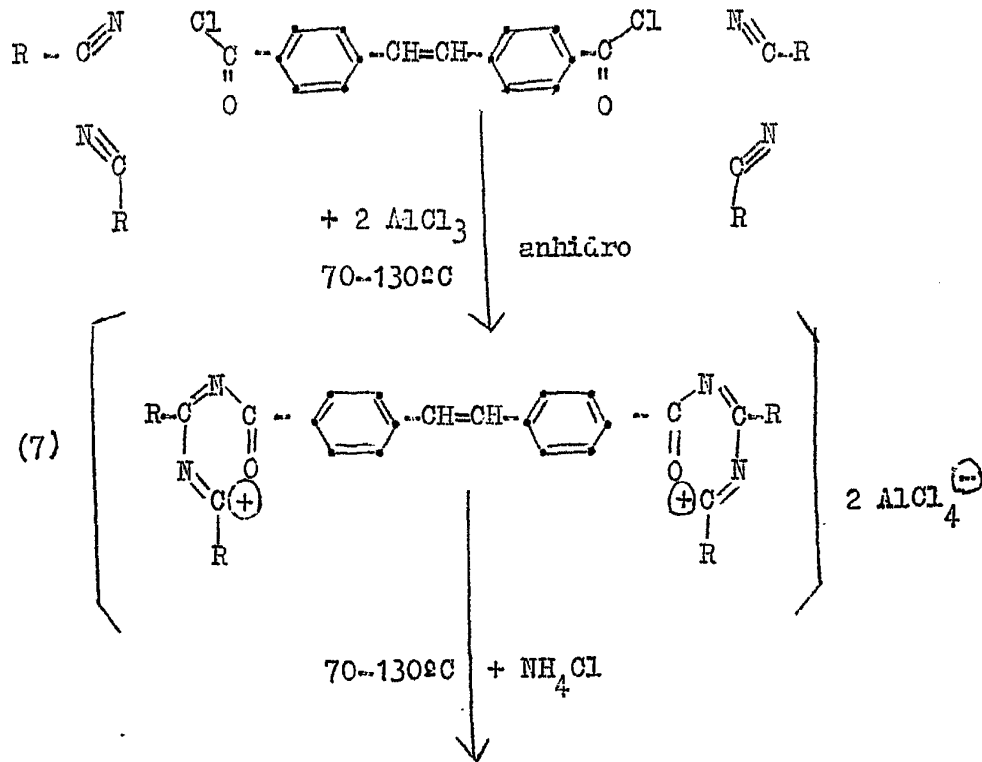
nitrilos correspondientes, en particular nitrilos aromáticos $R-C\equiv N$ (donde R tiene la definición dada antes) (véase Berichte 89, 223 (1956)), y eventualmente después de aislamiento previo, en tratar con cloruro de amonio los productos intermedios formados, a temperaturas de unos 70 a 130°C (véase J. Chem. Soc. 1941, páginas 278 a 282). Esta sucesión reaccional puede representarse esquemáticamente, por ejemplo para la preparación de los nuevos compuestos de la fórmula (2), del modo que sigue:

5.

10.

15.

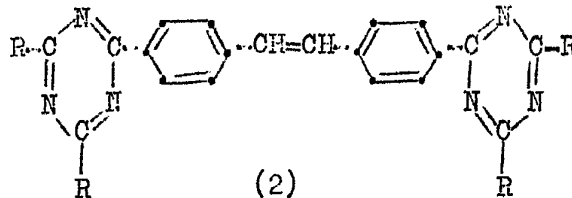
20.





= 9 =

317707



- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- Con los nuevos 4,4'-bis-triacetil-estilbenos de la fórmula (1) o (2) obtenidos pueden efectuarse todavía, si se quiere, ulteriores reacciones. Así, por ejemplo, se consiguen derivados solubles en agua si:
- (a) se transforman uno o más grupos amínicos primarios o secundarios de los derivados estilbénicos de la fórmula (1) o (2), con sulfonas (por ejemplo, con propansulfona o butansulfona), a temperatura elevada, en los correspondientes derivados de ácido alquilsulfónico;
- (b) se transforman uno o más grupos amínicos primarios de los derivados estilbénicos de la fórmula (1) o (2), con compuestos de aldehído-bisulfito (por ejemplo, con formaldehído-bisulfito alcalino) en los correspondientes derivados de ácido omega-metansulfónico;



5. (c) se hacen reaccionar uno o más grupos amínicos primarios de los derivados estilbénicos de la fórmula (1) o (2) con ácidos alkilsulfónicos o aralkilsulfónicos, como por ejemplo ácido bromoetansulfónico o ácido sulfónico-cloruro de bencilo;
10. (d) se enlazan uno o más grupos amínicos, primarios o secundarios, o grupos hidroxílicos de los derivados estilbénicos de la fórmula (1) o (2), por medio de puentes s-triacin-2-ílicos, con ácidos fenolsulfónicos o anilinsulfónicos;
15. (e) se introduce en uno o más grupos hidroxílicos de los derivados estilbénicos de la fórmula (1) o (2), con óxidos de alqueno (como óxido de etileno u óxido de propileno) o con monohaluros de éter polialquilénico, una cadena de éter polialquilénico suficientemente larga para la solubilidad en agua;
20. (f) se hace reaccionar en caliente, y si se quiere con presión, uno o más grupos cuaternizables de los derivados estilbénicos de la fórmula (1) o (2) con agentes de cuaternización, como por ejemplo yoduro de metilo, sulfato de dimetilo, cloruro de bencilo o ésteres alquílicos de ácido toluensulfónico; o
- 25.



= 11 =

317707

- (g) se transforma uno o más grupos halogenalkílicos de los derivados estilbénicos de la fórmula (1) o (2), con bases terciarias (como, por ejemplo, piridina), en los correspondientes derivados cuaternarios.
5. Los nuevos aclaradores ópticos de la composición que se ha transcrito al principio tienen, en estado de disolución o de división fina, fluorescencia más o menos marcada. Pueden emplearse para la aclaración óptica de los más diversos materiales orgánicos de peso molecular alto o bajo o, respectivamente, de materiales que contengan sustancias orgánicas.
10. Cabe citar aquí, a título de ejemplo y sin que la enumeración que sigue establezca ninguna limitación, algunos grupos de materiales orgánicos, en cuanto atañe a la aclaración óptica de los mismos:
15. I. Materiales orgánicos sintéticos, de peso molecular alto o bajo, como:
20. (a) Productos de polimerización a base de compuestos orgánicos que contengan por lo menos un enlace doble carbono-carbono polimerizable, es decir, sus homopolimerizados o copolimerizados, lo mismo que sus productos de tratamiento ulterior,
25. como por ejemplo productos de reticulación, de



- injerto o de desintegración, cortes de polimerización, etc., por ejemplo polimerizados a base de ácidos carboxílicos alfa,beta-insaturados y sus derivados, de hidrocarburos olefínicos, polimerizados a base de compuestos de vinilo y de vinilideno, de hidrocarburos halogenados, de aldehídos y cetonas insaturados o sus productos de modificación;
- 5.
10. (b) otros productos de polimerización, como por ejemplo los obtenibles por apertura del anillo, verbigracia las poliamidas del tipo de policaprolactamo; y asimismo los polimerizados de formaldehído o polímeros asequibles tanto por medio de poliadición como por medio de policondensación;
15. (c) productos de policondensación o precondensados a base de compuestos bifuncionales o polifuncionales con grupos condensables, sus productos de homocondensación y condensación mixta y asimismo productos del tratamiento ulterior,
20. de los que cabe citar a título de ejemplo: poliésteres, poliamidas saturadas o insaturadas, ramificadas y no ramificadas, resinas de maleinato, resinas de melamina, resinas de fenol (novolacas), resinas de anilina, resinas furánicas, resinas carbamídicas o también sus pre-
- 25.



condensados y productos de estructura análoga, policarbonatos, resinas de silicona y otros;

(d) productos de poliadición como los poliuretanos y las resinas epóxicas.

5. II. Materiales orgánicos semisintéticos, como por ejemplo ésteres o ésteres mixtos de celulosa; nitrocelulosa, éter de celulosa; celulosa regenerada o sus productos de tratamiento ulterior y plásticos de caseína.

10. III. Materiales orgánicos naturales de origen animal o vegetal, por ejemplo a base de celulosa o proteínas; pastas de madera en división fina, resinas naturales; y asimismo caucho, gutapercha, bálata y también sus productos de tratamiento ulterior y de modificación.

15. Los materiales orgánicos que entran en consideración pueden hallarse en los más diversos estados de elaboración (materias primas, semifabricadas o artículos acabados) y de agregación. Por una parte, pueden hallarse en forma de los más diversos artículos moldeados, o sea, por ejemplo, en forma de cuerpos extendidos predominantemente en sentido tridimensional, como bloques, placas, perfiles, tubos, productos de extrusión o las más diversas piezas de trabajo, recortes o granulados y materias espumosas; en forma de cuerpos configurados en sentido

20.



- predominantemente bidimensional, como películas, láminas, barnices, cintas, recubrimientos, impregnaciones y estratificados; o en forma de cuerpos configurados predominantemente en sentido unidimensional, como hilos, fibras, copos, cerdas y alambres. Por otra parte, dichos materiales pueden hallarse también en estados no moldeados, en las más diversas formas de división homogéneas y no homogéneas y en los más diversos estados de agregación, por ejemplo como polvos, soluciones, emulsiones, dispersiones, látices (ejemplos: soluciones para barnices, dispersiones de polimerizado), soles, geles, masillas, pastas, ceras, masas adhesivas y para espatular, etc.
- 5.
- 10.

- Los materiales de fibra pueden hallarse por ejemplo, en forma de hilos sin fin, fibras cortadas, copos, productos de extrusión, hilos textiles, filamentos, hilos torcidos, velo fibroso, fieltro, guata, productos de floculación, géneros textiles, vendajes textiles, géneros de punto, y asimismo de papeles y cartones o pastas para papel, etc.
- 15.

- Los compuestos utilizables en virtud de este invento tienen particular importancia para el tratamiento de materiales orgánicos textiles, en particular de tejidos. Siempre que, conforme a este invento, se hayan de aclarar ópticamente fibras (que pueden hallarse en forma de fibras cortadas o fibras continuas, en forma de vetas,
- 20.
- 25.



- tejidos, géneros de punto, velos, substratos floculados o vendas), la aclaración se realiza con ventaja en medio acuoso en el que estén en forma finamente dividida (suspensiones y, eventualmente, soluciones) los respectivos compuestos. En ocasiones pueden añadirse para el tratamiento agentes dispersantes, como por ejemplo jabones, éteres poliglicólicos de alcoholes grasos, aminas grasas o alquilfenoles, lejía residual de celulosa sulfítica o productos de condensación de ácidos naftalinsulfónicos (eventualmente alquilados), con formaldehído. Resulta sumamente adecuado actuar en baño neutro, débilmente alcalino o ácido. Asimismo es ventajoso que el tratamiento se realice a temperaturas elevadas, de unos 50 a 100°C, por ejemplo a la temperatura de ebullición del baño o alrededor de ella (unos 90°C). Para el refinamiento según este invento entran también en consideración soluciones en disolventes orgánicos.
- 5.
- 10.
- 15.

- Los nuevos aclaradores ópticos utilizables según este invento pueden, de manera sumamente ventajosa, añadirse o incorporarse a los materiales, en particular poliésteres saturados, poliamidas y poli-alfa-olefinas, antes de su moldeo o durante éste. Así, por ejemplo, para la preparación de películas, láminas, cintas o cuerpos moldeados se los puede añadir a la masa de prensa o a la masa de extrusión o, especialmente antes de la hilatura, disolver, dispersar o distribuir finamente de cual-
- 20.
- 25.



317707

quier otro modo en la masa para hilar. Los aclaradores ópticos pueden agregarse también a las sustancias de partida, a las mezclas de reacción o a los productos intermedios para la preparación de materiales orgánicos semisintéticos o totalmente sintéticos, o sea también antes de la reacción química o durante ella, por ejemplo en una policondensación (o sea también a precondensados), en una polimerización (o sea también a prepolímeros) o en una poliadición.

10. Los nuevos aclaradores ópticos pueden, como es lógico, utilizarse también en todos los casos en que se combinan en cualquier forma materiales orgánicos de índole antes expuesta con materiales inorgánicos (ejemplos típicos: detergentes, pigmentos blancos en sustancias orgánicas).

15. El tratamiento de las fibras de poliéster con los aclaradores de este invento puede consistir también, por ejemplo, en impregnar estas fibras con las dispersiones acuosas de los aclaradores a temperaturas inferiores a 75°C, por ejemplo a la temperatura ambiente, y someterlas a un tratamiento térmico seco a temperaturas superiores a 100°C, en cuyo caso se recomienda todavía, en general, secar previamente el material de fibra a temperatura moderadamente alta, por ejemplo a temperatura de 60°C por lo menos hasta unos 100°C. El tratamiento térmico en estado seco se efectuó entonces ventajosamente a tem-

20.

25.



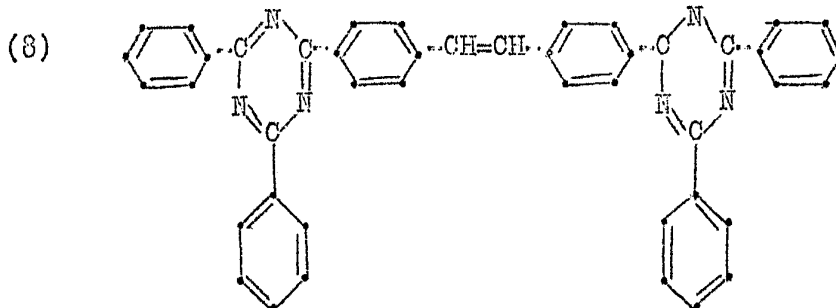
- peraturas entre 120 y 225°C, por ejemplo mediante calentamiento en una cámara de secado, mediante planchado en el intervalo de temperatura indicado o también mediante tratamiento con vapor de agua recalentado y seco. El secado y el tratamiento térmico seco pueden efectuarse también uno inmediatamente tras otro o combinarse en una sola operación.

EJEMPLO 1.

10. Se agitan, en 200 cc de o-diclorobenceno seco, 14,46 g de dicloruro de ácido estilben-4,4'-dicarboxílico y 30,9 g de benzonitrilo. Se añaden luego 13,3 g de cloruro de aluminio anhidro, y después de remitida la reacción exotérmica, se ajusta a 120°C la temperatura de la mezcla reaccional. Se añaden entonces todavía 10,6 g de cloruro de amonio y se prosigue la agitación a 120°C durante 15 horas. Después del enfriamiento, se vierte la mezcla reaccional en abundancia de agua fría, se la lava hasta neutralidad, se la exime, con vapor de agua, del o-diclorobenceno y se la seca. Se obtienen unos 24 g de un polvo amarillo, que funde por encima de 350°C. Después de varias recristalizaciones en o-diclorobenceno, con ayuda de tierra decolorante, se obtiene el 4,4'-bis- $\sqrt{2}$ "-4"-fenil-1",3",5"-triazin-6"-il-estilbenc, de la fórmula



317707



5.

10. en forma de agujetas de color amarillo claro, que funden por encima de 340°C.

Análisis: $C_{44}H_{30}N_6$ (642,77)

Calculado: C 82,22 H 4,70 N 13,08

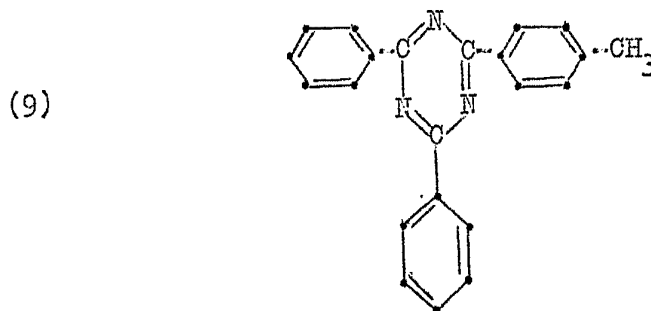
Hallado: C 81,98 H 4,92 N 13,28.

15.

EJEMPLO 2.

Se funden 64,7 g de 2,4-difenil-6-(4'-metilfenil)-1,3,5-triazina, de la fórmula

20.



25.

317707



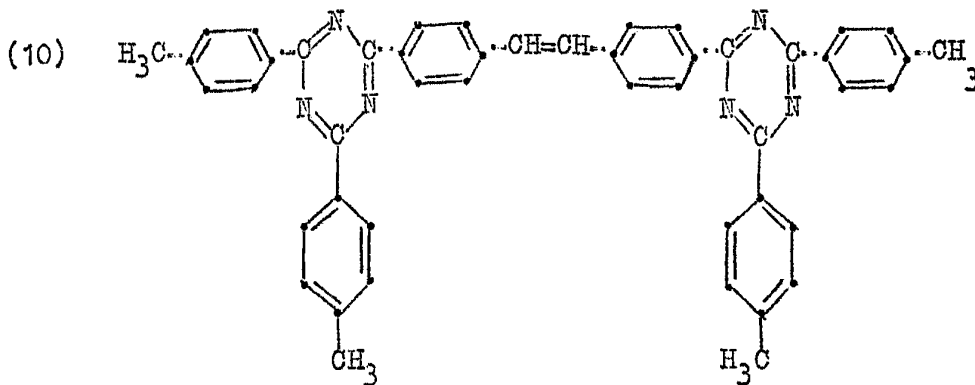
- con 3,2 g de azufre y se agita la fusión durante 45 a 60 minutos a temperatura de 290 a 300°C. Terminada el desprendimiento de sulfuro de hidrógeno, se disuelve la fusión, durante el enfriamiento, en 100 cc de o-diclorobenceno y 100 cc de tetracloroetileno. Se enfría hasta la temperatura ambiente (unos 18°C), se separa por succión el producto de reacción cristalino precipitado, se le lava con tetracloroetileno y se le seca. Se obtienen unos 24 g de un polvo de color amarillo pardusco, que después de varias recristalizaciones en o-diclorobenceno, con ayuda de tierra decolorante, da el compuesto de la fórmula (8) en forma de cristales de color amarillo claro, que funden por encima de 390°C
- 5.
- 10.

15. Análisis: $C_{44}H_{30}N_6$ (642,77)

Calculado: C 82,22 H 4,70 N 13,08

Hallado: C 81,68 H 4,84 N 12,81

- Si en lugar de la 2,4-difenil-6-(4'-metilfenil)-1,3,5-triacina de la fórmula (9) se emplea una cantidad equimolecular de 2,4,6-tri-(4'-metilfenil)-1,3,5-triacina, se llega al compuesto de la fórmula
- 20.



5.

Agujetas muy finas, de color amarillo claro, en tetraclo-
roetileno.

10.

Punto de fusión: 359,5 a 361°C.

Análisis: $C_{48}H_{38}N_6$ (698,83)

Calculado: C 82,49 H 5,48 N 12,03

Hallado: C 82,27 H 5,60 N 11,84

15.

EJEMPLO 3.

Se deslién en 400 cc de o-diclorobenceno anhidro
28,9 g de bicloruro de ácido estilben-4,4'-dicarboxílico,
58,5 g de p-tolunitrilo y 20 cc de cloruro de tionilo.
Se añaden luego 26,6 g de cloruro de aluminio anhidro,
se ajusta la temperatura de la mezcla reaccional, después
de remitir la reacción exotérmica, a 95-100°C en el cur-
so de unos 30 minutos y se agita la solución reaccional,

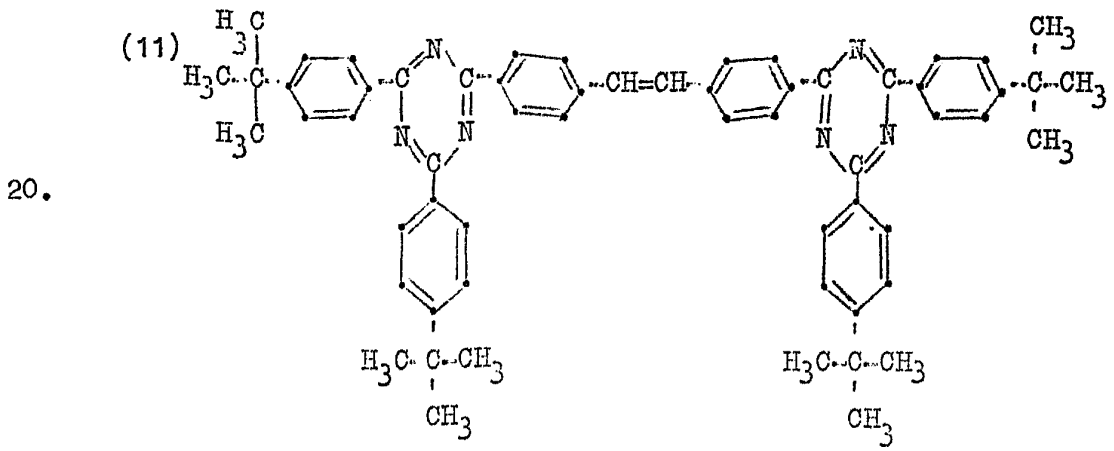


= 21 =

317707

- ahora de color pardo rojizo, 2 horas más a dicha temperatura. Se agregan todavía 21,2 g de cloruro de aluminio, se aumenta la temperatura de la reacción hasta 130°C y se prosigue la agitación a esta temperatura durante unas
5. 15 horas. Después del enfriamiento, se vierte la mezcla reaccional en abundancia de agua fría, se la lava hasta neutralidad, se le exime, con vapor de agua, del o-diclorobenceno y se la seca. Se obtienen alrededor de 61,1 g, correspondiente al 87,4% de la teoría, de un polvo beige, que funde por encima de 350°C. Después de dos recristalizaciones en o-diclorobenceno con ayuda de tierra decolorante, se obtienen 40,3 g de 4,4'-bis-2'',4''-di-p-tolil-1'',3'',5''-triacin-6''-il-estilbena, de la fórmula (10) en forma de agujetas finas de color amarillo claro y punto de fusión de 374 a 376°C.
- 10.
- 15.

De manera semejante pueden prepararse los derivados de 4,4'-bis-triacinil-estilbena siguientes:



317707



Rendimiento (bruto): 80,4% del teórico.

Agujetas finas, de color amarillo, en tetraclo-
roetileno.

Punto de fusión: superior a 420°C.

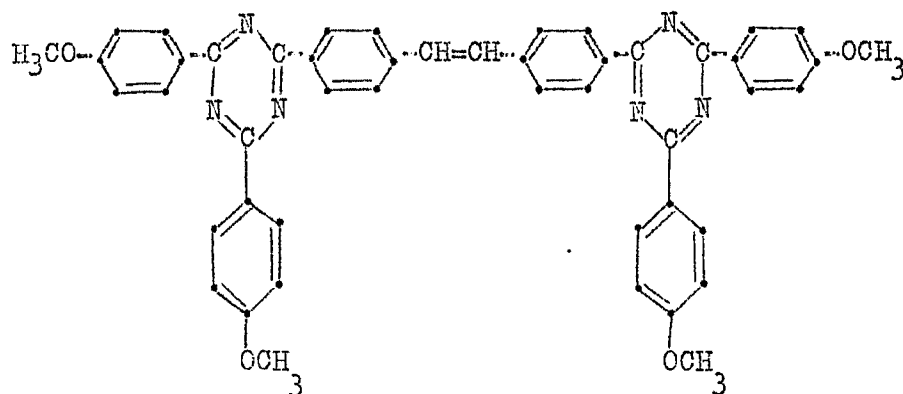
5. Análisis: $C_{60}H_{62}N_6$ (867,20)

Calculado: C 83,10 H 7,21 N 9,69

Hallado: C 83,03 H 7,28 N 9,87.

10.

(12)



15.

20.

Rendimiento (bruto): 85,5% del teórico.

Polvo finamente cristalino, de color amarillo
claro en o-diclorobenceno.

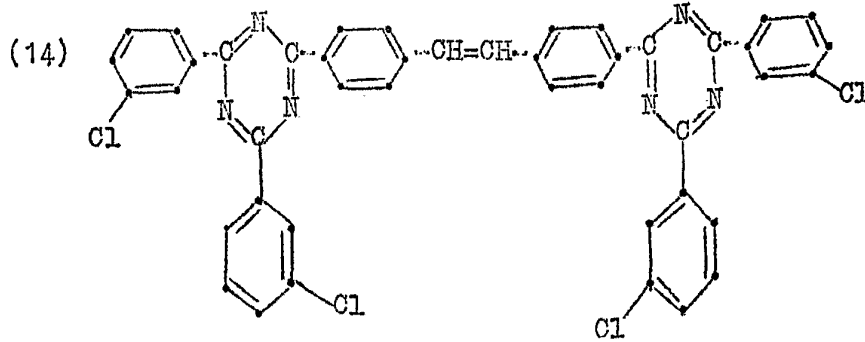
Punto de fusión: 306 a 307°C.



22

= 24 =

317707



Rendimiento (bruto): 81,1% del teórico.

10.

Polvo cristalino, de color amarillo, en o-diclorobenceno.

Punto de fusión: 385 a 386°C.

15.

Análisis: $C_{44}H_{26}N_6Cl_4$ (780,55)

Calculado: C 67,71 H 3,36 Cl 18,17

Hallado: C 67,67 H 3,31 Cl 18,45.

20.

EJEMPLO 4.

Se fulardea a la temperatura ambiente (unos 20°C) un tejido de poliéster (por ejemplo "DACRON") con una dispersión acuosa que contiene por litro 2 g de uno de los compuestos de las fórmulas (8), (10) o (11), así



= 25 =

317707

como 1 g de un producto de aducción de unos 8 moles de óxido de etileno a 1 mol de p-tercióctil-fenol, y se seca a unos 100°C. El material seco se somete a continuación a un tratamiento térmico a temperatura de 150 a 220°C, tratamiento que, según la temperatura, dura de 2 minutos a algunas horas. El material así tratado tiene un aspecto notablemente más blanco que el material no tratado.

5.

EJEMPLO 5.

10.

Se mezclan íntimamente 100 partes de granulado de poliéster a base de poliéster etilenglicólico de ácido tereftálico con 0,05 partes de uno de los derivados de estilbena de las fórmulas (8), (10), (11) y (12) y se funde la mezcla a 205°C y agitando. Después de hilar

15.

la masa en hileras usuales, se obtienen fibras de poliéster intensamente aclaradas.

El compuesto de las fórmulas (8), (10), (11) o (12) puede agregarse también a las materias de partida antes de la policondensación para formar el poliéster o durante ella.

20.

EJEMPLO 6.

10.000 partes de una poliamida en forma de recortes, hecha de manera conocida a partir de adipato de hexametildiamina, se mezclan en un tambor giratorio, du-



- rante 12 horas, con 30 partes de dióxido de titanio (modificación de rutilo) y 10 partes de uno de los compuestos de las fórmulas (8), (10) y (11). Los recortes así tratados se funden en un caldero caldeado a temperatura de
5. 300 a 310°C con aceite o vapor de difenilo, después de expulsar el oxígeno del aire por medio de vapor de agua recalentado, y se agira durante $\frac{1}{2}$ hora. A continuación se extruye la fusión por una hilera, bajo presión de nitrógeno de 5 atmósferas, y se arrolla en una bobina el filamento enfriado hilado de este modo. Los hilos obtenidos
10. muestran un excelente efecto aclarador, estable a la termofijación y de buena solidez al lavado y a la luz.

EJEMPLO 7.

- Se lamina en una calandria, a temperatura de
15. 150 a 155°C, una mezcla íntima de 100 partes de cloruro de polivinilo, 3 partes de estabilizador (Advastat BD 100; complejo de Ba/Cd), 2 partes de dióxido de titanio, 59 volúmenes de ftalato de dioctilo y 0,01 a 0,1 partes del compuesto de la fórmula (11), para formar una hoja.
20. La hoja opaca de cloruro de polivinilo así obtenida tiene mucho mayor blancura que una hoja que carece del compuesto de bis-triacinil-estilbeno.

EJEMPLO 8.

Se laminan en una calandria calentada a 30°C 100



= 27 =

317707

- partes de polietileno, para formar una hoja homogénea. A esta hoja se incorporan despacio 0,02 partes del compuesto de la fórmula (11). Cuando el aclarador óptico se ha distribuido ya uniformemente, se retira la hoja de la calandria y se la comprime en una prensa caliente a temperatura de 130 a 135°C, para formar placas. Se obtiene un intenso efecto de aclaración.
- 5.



22 S

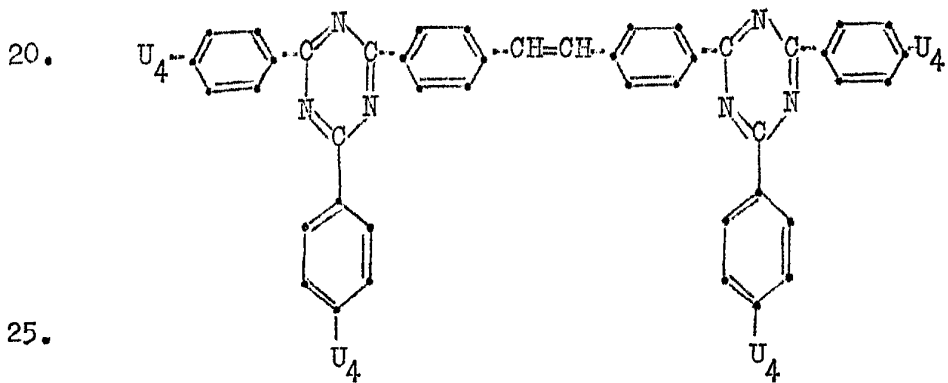
= 29 =

317707

un radical heterocíclico de carácter aromá-
tico, y

W significa un radical estilbénico ligado en
posición 4 y 4' a los anillos triacínicos.

- 5. 2. Procedimiento como se define en la reivindi-
cación 1, caracterizado por el hecho de que, para la aclara-
ción óptica de policondensados, polia ductos o polimeri-
zados, se añaden a los materiales de partida los 4,4'-bis-
triacinil-estilbenos de la composición ya indicada, antes
- 10. de la policondensación, poliaducción o polimerización o
durante ellas.
- 3. Procedimiento como se define en la reivindi-
cación 1, para la aclaración óptica de substratos de fibra
a base de poliésteres saturados o poliamidas sintéticas, ca-
15. racterizado por hilarse en condiciones usuales fusiones para hi-
lar que contienen 0,005 a 0,2% en peso (respecto a la masa de
las fusiones para hilar) de un 4,4'-triacinil-estilbeno, de
la fórmula

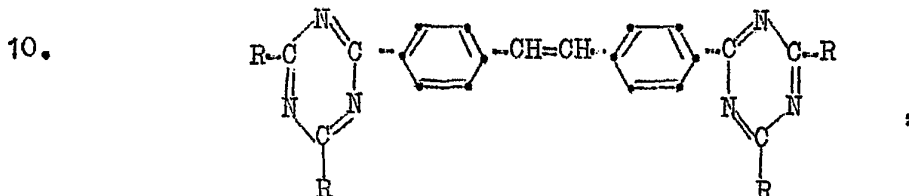




317707

donde U₄ significa un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alquílico provisto de 1 a 8 átomos de carbono o un grupo alcoxi provisto de 1 a 4 átomos de carbono.

- 5. 4. Procedimiento según la reivindicación 1, para la preparación de 4,4'-bis-triacinil-estilbenos de la fórmula



15.

donde

R representa un radical bencénico,

- 20. caracterizado por calentarse a temperaturas de unos 70 a 130°C dihaluros (en particular, dicloruros) de ácido estilbendicarboxílico con nitrilos de la fórmula



donde

- 25. R tiene el significado expuesto antes,

22 SEP.



= 31 =

317707

- en la proporción molar de 1:4 aproximadamente, en medio anhidro y en presencia de catalizadores de Friedel-Crafts, eventualmente con empleo simultáneo de cloruro de tionilo, y eventualmente un disolvente orgánico no polar hasta débilmente polar, inerte respecto a los componentes de la reacción, y por calentarse otra vez a temperaturas de 70 a 130°C y con adición de cloruro de amonio los productos intermedios así obtenidos, eventualmente después de aislamiento.
- 5.
10. 5. Procedimiento para la aclaración óptica de materiales orgánicos.
- Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 31 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.
- 15.

Madrid, a 22 de septiembre de 1965

p.a. JUAN E. ISENBERG
P. D.