

PATENTE DE INTRODUCCION
=====

Your Case No. 19.951.

322614

Memoria Descriptiva

sobre

"Procedimiento para blanquear ópticamente
materiales polímeros!"

Solicitante: AMERICAN CYANAMID COMPANY, entidad norteamericana,
residente en: Berdan Avenue, Township of Wayne, Estado
de New Jersey, EE. UU. de A.

=====

Este invento se refiere a agentes de azulado óptico (a veces llamados agentes de blanqueo óptico). Este invento se basa en el descubrimiento de que el 2-estirilnafto (1,2-d) oxazol (lo mismo que los compuestos entroncados),
5. compuesto que todavía no se ha sintetizado hasta ahora, es

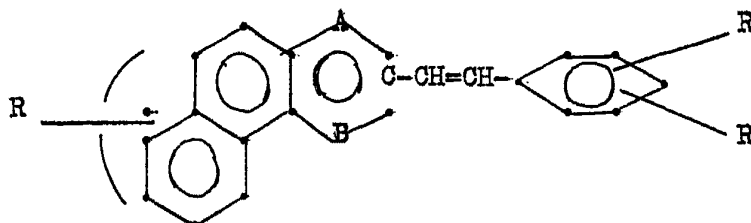
322614



- susceptible de blanquear un grupo notablemente diverso de materias. El compuesto dispensa en grado tal su potencia de blanqueo, que soportes polímeros de tipos numerosos y variados, naturales ó sintéticos, en material textil tejido o rígido-sólido, del tipo hidrocarburo u otro, pueden blanquearse ópticamente por tratamiento mediante este compuesto. Este comportamiento contrasta con el de los agentes de blanqueo conocidos que, aunque sean normalmente eficaces para un solo soporte elegido, o para varios soportes, ejercen sólo un efecto muy reducido o nulo sobre una mayoría de polímeros que comúnmente se encuentran. El compuesto de acuerdo con este invento, puede machacarse en caliente en el material polímero (especialmente en el caso de polímeros sintéticos) o aplicarse en éstos, mediante una solución o también con ayuda de un baño acuoso (incluso en presencia de agentes de blanqueo del tipo hipoclorito o perborato). Una indiferencia de esta naturaleza con respecto a las temperaturas elevadas, de los disolventes y de los hipocloritos, no sólo es en extremo útil, sino que además es muy poco corriente. La mayor parte de los agentes de blanqueo o de azulado, pueden resistir a un tipo de "compulsión" pero muy pocos de entre ellos, si alguno existe, son estables en todas estas condiciones. La "universalidad" del agente de azulado óptico o de blanqueo, de acuerdo con este invento, aliada a su estabilidad en el curso de aplicación y de utilización del mismo, le hace verdaderamente único en su campo. Este invento será más fácilmente comprensible, para los especialistas, por la lectura de la descripción siguiente.
5. do o rígido-sólido, del tipo hidrocarburo u otro, pueden blanquearse ópticamente por tratamiento mediante este compuesto. Este comportamiento contrasta con el de los agentes de blanqueo conocidos que, aunque sean normalmente eficaces para un solo soporte elegido, o para varios soportes, ejercen sólo un efecto muy reducido o nulo sobre una mayoría de polímeros que comúnmente se encuentran. El compuesto de acuerdo con este invento, puede machacarse en caliente en el material polímero (especialmente en el caso de polímeros sintéticos) o aplicarse en éstos, mediante una solución o también con ayuda de un baño acuoso (incluso en presencia de agentes de blanqueo del tipo hipoclorito o perborato). Una indiferencia de esta naturaleza con respecto a las temperaturas elevadas, de los disolventes y de los hipocloritos, no sólo es en extremo útil, sino que además es muy poco corriente. La mayor parte de los agentes de blanqueo o de azulado, pueden resistir a un tipo de "compulsión" pero muy pocos de entre ellos, si alguno existe, son estables en todas estas condiciones. La "universalidad" del agente de azulado óptico o de blanqueo, de acuerdo con este invento, aliada a su estabilidad en el curso de aplicación y de utilización del mismo, le hace verdaderamente único en su campo. Este invento será más fácilmente comprensible, para los especialistas, por la lectura de la descripción siguiente.
10. El compuesto de acuerdo con este invento, puede machacarse en caliente en el material polímero (especialmente en el caso de polímeros sintéticos) o aplicarse en éstos, mediante una solución o también con ayuda de un baño acuoso (incluso en presencia de agentes de blanqueo del tipo hipoclorito o perborato). Una indiferencia de esta naturaleza con respecto a las temperaturas elevadas, de los disolventes y de los hipocloritos, no sólo es en extremo útil, sino que además es muy poco corriente. La mayor parte de los agentes de blanqueo o de azulado, pueden resistir a un tipo de "compulsión" pero muy pocos de entre ellos, si alguno existe, son estables en todas estas condiciones. La "universalidad" del agente de azulado óptico o de blanqueo, de acuerdo con este invento, aliada a su estabilidad en el curso de aplicación y de utilización del mismo, le hace verdaderamente único en su campo. Este invento será más fácilmente comprensible, para los especialistas, por la lectura de la descripción siguiente.
15. (incluso en presencia de agentes de blanqueo del tipo hipoclorito o perborato). Una indiferencia de esta naturaleza con respecto a las temperaturas elevadas, de los disolventes y de los hipocloritos, no sólo es en extremo útil, sino que además es muy poco corriente. La mayor parte de los agentes de blanqueo o de azulado, pueden resistir a un tipo de "compulsión" pero muy pocos de entre ellos, si alguno existe, son estables en todas estas condiciones. La "universalidad" del agente de azulado óptico o de blanqueo, de acuerdo con este invento, aliada a su estabilidad en el curso de aplicación y de utilización del mismo, le hace verdaderamente único en su campo. Este invento será más fácilmente comprensible, para los especialistas, por la lectura de la descripción siguiente.
20. útil, sino que además es muy poco corriente. La mayor parte de los agentes de blanqueo o de azulado, pueden resistir a un tipo de "compulsión" pero muy pocos de entre ellos, si alguno existe, son estables en todas estas condiciones. La "universalidad" del agente de azulado óptico o de blanqueo, de acuerdo con este invento, aliada a su estabilidad en el curso de aplicación y de utilización del mismo, le hace verdaderamente único en su campo. Este invento será más fácilmente comprensible, para los especialistas, por la lectura de la descripción siguiente.
25. Este invento será más fácilmente comprensible, para los especialistas, por la lectura de la descripción siguiente.
30. La clase de compuesto a la que el 2-estirilnafto



-(1,2-d)oxazol pertenece, se representa por la fórmula de estructura (I),



I

10. en la que A y B son distintos y representan oxígeno o nitrógeno, y los símbolos R representan individualmente hidrógeno, radicales alquilo de 1 a 6 átomos de carbono, cloro o flúor. En la fórmula anterior, uno de los átomos de hidrógeno del radical vinileno, puede substituirse por un grupo metilo, o cloro. En la fórmula 1 cuando todos los símbolos R representan hidrógeno, y A representa oxígeno, se obtiene
15. el derivado específicamente antes citado. Este compuesto no se conocía como tal anteriormente, aunque la fórmula que lo representa se encuentre como título en "Beilstein" tomo 27, página 83, 1,937, 4ª edición. Ninguno de los demás naxazoles comprendidos por la fórmula 1 se conoce como tal,
20. o se describe por una fórmula.

- Aunque como antes se indicó, los compuestos de acuerdo con este invento pueden tener distintos substituyentes, por razones de facilidad y de economía, se prefiere utilizar los compuestos menos substituidos. Es sorprendente
25. y ventajoso que el compuesto que no contiene substituyente, sea tan interesante como otros que los encierran, dado que en el caso de compuestos de blanqueo comunes y anteriormente conocidos, eran precisos uno o dos substituyentes para dar a la estructura molecular de base un cierto grado de
30. solubilidad en el agua, o de dispersabilidad en la misma,



ó para cambiar su tono de fluorescencia o aumentar su afinidad para el soporte a azular.

Los compuestos de acuerdo con este invento, pueden prepararse de varios modos distintos. En uno de sus procedimientos de preparación, un cloruro de ácido cinámico se hace reaccionar con un orto-aminonaftol, para dar un compuesto intermedio que a continuación se cicliza en naftoxazol por tratamiento con un reactivo ácido, tal como el ácido p-tolueno-sulfónico, el ácido bórico o el ácido polifosfórico.

5.

10.

15.

20.

25.

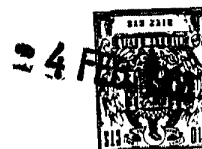
30.

Como ejemplos de derivados de naftol susceptibles de utilizarse, pueden citarse los compuestos siguientes: 1-amino-2-naftol, 2-amino-2-naftol, 1-amino-6-metil-2-naftol, 1-amino-3-cloro-2-naftol, 1-amino-4-cloro-2-naftol, 1-amino-6-ciclohexil-2-naftol y 2-amino-4-metil-1-naftol.

Como compuesto estirilico, puede utilizarse el cloruro de cinamoilo, el cloruro de 4-etilcinamoilo, el cloruro de 2-metilcinamoilo, el cloruro de 4-metilcinamoilo, el ácido 2-fluorocinámico, el ácido 2-clorocinámico, y el cloruro de 3,5-diclorocinamoilo.

En general, la reacción para dar el intermedio, se realiza a una temperatura elevada y en un medio orgánico tal como la piridina, el clorobenceno, el diclorobenceno o la acetona. Las temperaturas pueden variar entre 50°C y la temperatura de reflujo. El producto intermedio se obtiene en forma de un precipitado insoluble o, cuando el disolvente es miscible con el agua, sumergiendo el producto de la reacción en este líquido.

La reacción de ciclización para dar el producto final, se realiza también a una temperatura elevada, en un disolvente y en presencia de un catalizador ácido. La temperatura



tura durante el curso de la ciclización, estará comprendida entre 80 y 300°C, como disolventes apropiados, pueden citarse el o-diclorobenceno, el xileno, el etanol, el monoclorobenceno. El producto puede separarse de la mezcla de reacción, después de neutralizar el exceso de catalizador ácido, por destilación o por arrastre con el vapor del disolvente.

5. El producto así obtenido puede utilizarse sin pasar por procedimientos especiales de purificación, y con buenos resultados. Sin embargo, con objeto de obtener resultados superiores, el producto de blanqueo puede separarse de productos secundarios, utilizando procedimientos cromatográficos corrientes.

10. Los productos así obtenidos, en especial el compuesto no-sustituido, en el que A representa oxígeno, son eminentemente adecuados como agentes de azulado óptico, ó de blanqueo óptico. Cuando se incorporan en materias polímeras, mejoran la brillantez a intensidad luminosa de la materia, en grado considerable. La gran diferencia de los compuestos de acuerdo con este invento, con los agentes de azulado óptico conocidos, consiste en su tolerancia con respecto a distintos procedimientos de aplicación, y su afinidad para numerosas aportaciones polímeras, así como en su eficacia para éstas.

15. La flexibilidad asociada con la utilización y la aplicación de estos compuestos, no se encuentra en los agentes de azulado ópticos conocidos en el comercio, y compensa fácilmente el hecho de no ser tan eficaces como un agente de azulado óptico especializado para su soporte elegido. Es por tanto interesante observar que en el campo importante del nylon, los agentes de azulado óptico de acuerdo con este invento, en la práctica, son mejores que numero

20. do con este invento, en la práctica, son mejores que numero

25.

30.



5. sos agentes de blanqueo óptico para el nylon, corrientes en el comercio.

La ventaja más importante de los agentes de blanqueo óptico de acuerdo con este invento, consiste en el hecho de ser ampliamente aplicables para los usos domésticos. Una substancia que posea una buena afinidad para distintos soportes, tales como el algodón, el nylon, el poliéster y el polipropileno, a las temperaturas poco elevadas de las aplicaciones domésticas, era todavía desconocida. Asimismo, es completamente inusitado el que dichas propiedades existan durante la aplicación con distintos agentes de lavado domésticos tales como los jabones, los "atenuadores", los detergentes y los agentes de blanqueo, así como con combinaciones de estos agentes, utilizadas corrientemente. Estos resultados son inesperados y sorprendentes teniendo en cuenta el comportamiento de una multitud de otros agentes de blanqueo, conocidos en el comercio.

La clase de los polímeros a que los compuestos de acuerdo con este invento son aplicables, cubre virtualmente todo el campo de los polímeros. Los polímeros naturales y sintéticos pueden mejorarse con los agentes de azulado óptico de acuerdo con este invento. Entre los polímeros naturales, pueden citarse el algodón (comprendido el algodón tratado con resina), la lana y la seda.

Pueden también mejorarse por este invento, las materias plásticas sintéticas de cualquier tipo. Se pueden tratar las materias derivadas de la celulosa, tales como el rayón viscosa, la nitrocelulosa y el acetato de celulosa. Pueden tratarse también poliésteres, poliuretanos, polioximetilenos, poli- α -olefinas, poliacrilonitrilos, poliacrila

- 322614



4 FEB. 1966

5. tos, halogenuros de polivinilo, poliestirenos, resinas fenólicas, resinas epóxido y resinas alquídicas. Pueden citarse otros compuestos pero de la lista anterior de compuestos resulta que los agentes de blanqueo óptico o de azulado de acuerdo con este invento, convienen para un número extremadamente elevado de materias.

10. En el caso de ciertas materias textiles (por ejemplo el algodón, el nylon, los poliésteres, etc.), es corriente añadir agentes de azulado óptico mediante una muñequilla acuosa o de un baño por agotamiento que contenga un agente de superficie activa (por ejemplo una substancia que impida el nuevo depósito de la suciedad, un jabón, un detergente y/o un atenuador aniónico, no-iónico o catiónico). Los agentes de blanqueo de acuerdo con este invento, pueden también ampliarse. El baño acuoso puede contener substancias auxiliares tales como agentes anti-estáticos, etc., sin obstaculizar de ningún modo la aplicación de este invento.

15. Es evidentemente muy importante, que las mezclas de textiles, tales como las mezclas algodón-poliéster, rayón-acetato y nylon-algodón, etc., puedan tratarse al mismo tiempo.

20. Determinadas materias textiles, tales como el algodón y el nylon, se blanquean corrientemente por medio de un tratamiento en baño ácido en el transcurso de su tratamiento. Los agentes de blanqueo de acuerdo con este invento, se prestan admirablemente a este procedimiento de aplicación, dada su excelente estabilidad en presencia de ácidos.

25. Algunas materias polímeras, se blanquean mejor en el curso de una operación de formación. Por ejemplo de terminados polímeros, se transforman en fibras, partiendo de una masa viscosa de hilatura. Como ejemplos de este tipo

30.



- de materias polímeras, pueden citarse el poliéster, las resinas poliacrílicas, el rayón y las poliamidas, otras materias polímeras, se forman por machacado o moldeo de gránulos ó de fragmentos de polímero. Los dos tipos citados puede mejorar
5. se en cuanto se refiere al azulado, por adición de un agente de azulado ó de blanqueo de acuerdo con este invento, a la masa viscosa de filatura ó a los gránulos o fragmentos de polímeros. El agente de blanqueo, puede incorporarse al mismo tiempo que otros aditivos corrientes tales como colorante, estabilizantes, plastificantes y/o agentes de alargamiento. La capacidad de blanqueo se mantiene durante estas operaciones, principalmente a causa de la aptitud del agente de blanqueo de acuerdo con este invento, para resistir a una inactivación debida a los disolventes y a una descomposición debida a las temperaturas elevadas. Así, por ejemplo, en composiciones plásticas, tales como el polietileno, el cloruro de polivinilo, el polimetacrilato y el poliestireno, la incorporación del agente de blanqueo de acuerdo con este invento, proporciona un plástico más blanco y más brillante;
10. esta incorporación mejora igualmente el aspecto de materias plásticas que contengan un pigmento, tales como el dióxido de titanio. En los revestimientos de suelos o techos, los compuestos de acuerdo con este invento aumentan el contraste del motivo. Para una utilización de esta naturaleza, reviste una gran importancia una buena resistencia a la luz y una buena estabilidad del calor (lo cual es algo distinto de lo que ocurre con los textiles) dado que el compuesto ha de resistir las temperaturas elevadas con que se tropieza durante la fabricación y el empleo del material plástico.
15. En estas composiciones, es también útil el completar el agen-
- 20.
- 25.
- 30.



te de azulado con agentes de absorción de luz ultra-violeta y/o otros estabilizantes.

En composiciones plásticas, en especial las poli-
olefinas, tales como el polietileno y los halogenuros
5. de polivinilo, como el cloruro de polivinilo, los agentes
de azulado del tipo estiril-naftoxazol, son especialmente
interesantes, dada su buena resistencia a la luz y su buena
estabilidad con respecto al calor. Otros agentes de blan-
queo hacen amarillear el material plástico después de una
10. corta utilización, mientras que de acuerdo con este inven-
to, las composiciones de materias plásticas permanecen cla-
ras e incoloras durante períodos prolongados.

Los agentes de azulado óptico de acuerdo con es-
te invento, tienen la gran ventaja de poderse utilizar en
15. combinación con agentes de superficie activa, atenuadores,
agentes anti-estáticos o agentes de blanqueo. Algunos de
los agentes de azulado empleados con anterioridad, no eran
compatibles con todas estas materias, y, a menudo, al apli-
carlo en su presencia resultaba ineficaz. Como se indicó
20. anteriormente, los agentes de azulado de acuerdo con este
invento, son aplicables con composiciones de hipoclorito,
y son eficaces en estas condiciones. Así, los nuevos agen-
tes de azulado llenan una misión para agentes de azulado
"universales" hasta un grado no alcanzado hasta la actuali-
25. dad, dado que pueden aplicarse sobre los soportes o bases
más distintos, partiendo de la mayor variedad de medios de
dispersión.

No se esperaba conseguir tales resultados con los
compuestos de este invento, dado que el compuesto no substi-
30. tuído correspondiente de la serie benzoxazol, o sea el 2-es



stirilbenzoxazol, descrito como agente de azulado para el poliacrilonitrilo y el cloruro de polivinilo, es ineficaz como agente de azulado para los polímeros en general.

5. Contrariamente al derivado de benzoxazol, el estirilnaftoxazol correspondiente, posee una afinidad excelente para los polímeros que de este modo se azulean o blanquean de modo duradero.

10. Los agentes de blanqueo o de azulado de acuerdo con este invento, pueden aplicarse en forma de distintas composiciones que tengan concentraciones en agente de azulado activo, que sean susceptibles de ejercer el efecto de blanqueo deseado. Los distintos tipos de composiciones pueden adaptarse al procedimiento especial de aplicación. El agente de blanqueo puede añadirse a un disolvente, a una dispersión acuosa o no-acuosa, ó utilizarse en forma de una mezcla seca con un agente de superficie activa, un atenuador, un agente anti-estático, un estabilizador, un plastificador, un agente de alargamiento u otra materia.

20. La concentración eficaz de agente de azulado, se determina fácilmente por procedimientos corrientes. Para la utilización en el campo textil, los agentes de azulado se incorporan corrientemente en los distintos tipos de composiciones, en concentraciones comprendidas entre 0,1 % y 0,5 % aproximadamente. Corrientemente, se aplican partiendo de baños acuosos que contengan entre alrededor de 0,005 y 0,01 % en peso de agente de blanqueo. En las composiciones plásticas tales como el cloruro de polivinilo, el polietileno, el poliestireno, etc., los agentes de azulado de acuerdo con este invento, pueden utilizarse en concentraciones comprendidas entre alrededor de 0,005 a 0,5 % en peso,

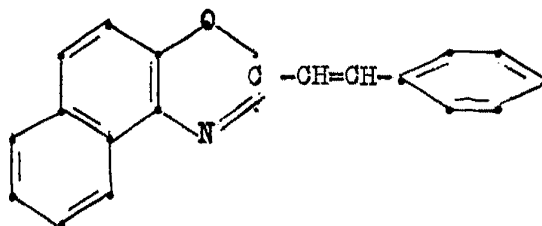


y con preferencia entre 0,02 y 0,5 % aproximadamente en peso. Evidentemente, puede utilizarse una cantidad mayor o menor de agente de azulado, para satisfacer eficazmente las exigencias específicas del blanqueo.

5. Los ejemplos siguientes aclaran este invento sin limitarlo en modo alguno.

EJEMPLO 1

10.



15.

Se prepara una solución de 58,8 g de cloruro de 1-amino-2-naftol en 200 cc de piridina. A continuación se agregan gradualmente 57 g de cloruro de cinamoilo fundido y la mezcla se calienta a la temperatura de reflujo, durante 1 hora aproximadamente. La mezcla, mientras se agita, se empapa en 2 litros de hielo y agua, y la amida sólida bruta se precipita, se separa por filtración, se lava con agua, y se seca.

20.

La amida sólida se agrega inmediatamente de modo gradual a una solución de 3 g de ácido p-tolueno-sulfónico en 200 cc de orto-diclorobenceno, calentado a 170°C. La mezcla se calienta hasta 170-175°C durante 4 horas, recogiendo el agua que se separa. Después de enfriar hasta 100°C,

25.

se añade una solución de 7 g de bicarbonato sódico y de 2,5 g de agente de superficie activa en 10 cc de agua. El orto-diclorobenceno, se elimina inmediatamente con la mayor rapidez posible, por destilación en vapor, para mantener un volumen de unos 75 cc. Cuando se ha eliminado la

30.

totalidad de este compuesto, se ajusta el pH a un valor su

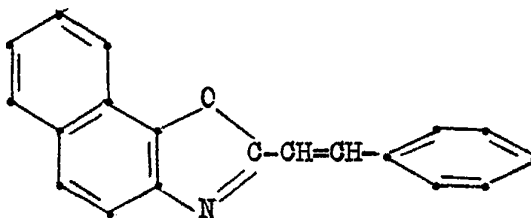


perior a 9 y a continuación se separa, por filtración, un producto sólido que se lava con una solución de carbonato sódico y agua, y que luego se seca.

5. El producto puede purificarse por cromatografía en alúmina lavada con ácido o con gel de sílice y/o por recristalización en alcohol ó acetonitrilo, ó una mezcla metil celosolve-agua. El producto purificado, funde a 127°C.

EJEMPLO 2

10.



15.

Durante 30 minutos se calienta al baño de vapor una mezcla de 2,22 g de 1-bromo-2-amino-naftaleno, 1,67 g de cloruro de cinamoilo y 25 cc de piridina, que a continuación se enfría y se vierte en agua helada, para precipitar el producto que luego se filtra, se lava con agua y se recristaliza enseguida en alrededor de 400 cc de alcohol. Se obtienen 1,22 g de producto, que funde a 183-184°C.

20.

Se obtiene una cantidad suplementaria de producto, a partir del líquido-madre.

25.

Durante 10 minutos se calienta a 240°C una mezcla íntima de 1,5 g (0,0043 mol) de la amina antes citada, 0,40 g (0,0047 mol) de bicarbonato sódico y, aproximadamente, 0,2 g de polvo de cobre. Después de enfriarla, la mezcla se recibe en alcohol caliente, el cobre se separa por filtración, el filtrado se trata por carbón de madera activado y se filtra de nuevo, y finalmente el producto se precipita por adición de agua. El producto se filtra, se

30.

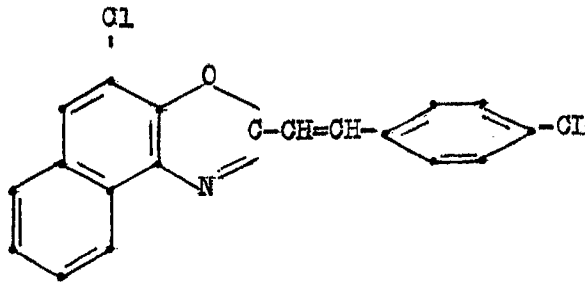
lava y se seca y tiene un punto de fusión de 123,5-124,5°C.

322614



EJEMPLO 3

5.



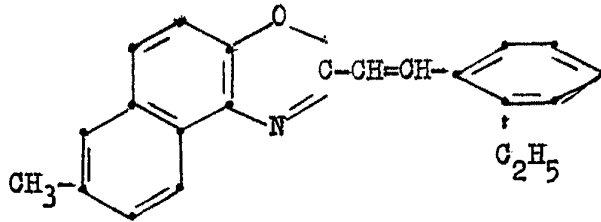
Del modo descrito en el Ejemplo 1, se hacen reaccionar 58,1 g de 1-amino-3-cloro-2-naftol, con 68,4 g de cloruro de 4-cloro-cinamoilo, en 200 cc de piridina.

10.

La amida sólida se calienta a 170-175°C en 200 cc de orto-diclorobenceno, con 3 g de ácido paratoluenosulfónico durante 4 horas, recogiendo el agua que se separa. El producto se aísla del modo descrito en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 4

15.



20.

En 200 cc de piridina, se hacen reaccionar 51,9 g de 1-amino-6-metil-2-naftol, con 66 g de cloruro de 2-etilcinamoilo, y el producto se aísla del modo descrito en el Ejemplo 1.

25.

La amida sólida se calienta a una temperatura comprendida entre 170 y 175°C en 200 cc de orto-diclorobenceno con 3 g de ácido paratoluenosulfónico, durante 4 horas, recogiendo el agua que se separa, y el producto se aísla como se describe en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 5 - Los compuestos de los Ejemplos 1 a 4 se in-

30.

corporan en cloruro de polivinilo, polietileno y acetato de



celulosa, en una concentración de 0,02 %.

Las muestras de materias plásticas que contienen los agentes de azulado óptico, son mas brillantes y de aspecto más blanco que las muestras correspondientes que no

- 5. contienen agente de azulado. Se obtienen resultados análogos con polietileno que contenga 0,5 % de TiO₂.

Después de exposición en el cloruro de polivinilo a la luz en el aparato FS-BL durante 50 horas, se comprueba un amarilleo menos importante de las muestras que contienen aditivos con respecto al de las que no lo contienen ó que contienen una cantidad correspondiente de un agente de azulado del comercio.

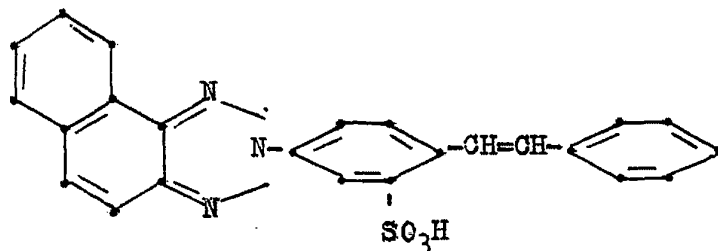
- 10.

EJEMPLO 6

El compuesto del Ejemplo 1, se compara con un cierto número de agentes de azulado comerciales de distintos tipos, y con un compuesto de la técnica anterior, desde el punto de vista de los efectos de blanqueo o azulado sobre distintos soportes. Los agentes de azulado se identifican del modo siguiente:

- 15.

- 20. I - Tipo del estilbenc triazol:



- 25.

Este compuesto se emplea corrientemente sobre materiales de algodón y de nylon, pero es ineficaz sobre la mayor parte de otros soportes.



yendo detergentes aniónicos. El procedimiento utilizado, se describe en general del modo siguiente:

Se prepara una solución del agente de azulado óptico, que contenga 0,005 % de éste.

5. Para ello, se disuelve 0,5 g del agente de blanqueo en 1 litro de disolvente, para dar una solución al 0,05 %. Se diluyen hasta 1 litro, 100 cc de esta solución, mediante agua, para obtener una solución al 0,005 % de agente de blanqueo.

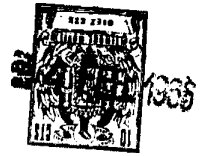
10. A título de aclaración, de una solución tal como la mencionada anteriormente, se facilita la preparación de una solución de 0,005 % del agente de blanqueo del Ejemplo 1; esta preparación se lleva a cabo del modo siguiente:

15. Una fracción de 100 mg del agente de blanqueo se disuelve en 200 cc de dimetilformamida, para formar una solución al 0,05 %. Después de clarificación, se agregan 50 cc de esta solución a 450 cc de una solución al 1 % de un agente de dispersión no-iónico, para obtener una solución al 0,005 %. Esta es la solución empleada como solución de ensayo.

20. La cantidad necesaria de la solución de ensayo del agente de azulado óptico, para dar el porcentaje de aplicación designado con respecto al peso de detergente del agente de azulado a utilizar como patrón, se introduce en

25. un recipiente "launder-o-meter" de un contenido de 0,437 litros y se diluye con 50 cc de detergente aniónico al 1 % e inmediatamente agua suficiente para dar una solución de 100 cc. A la solución así obtenida, que contiene la cantidad designada de agente de blanqueo con respecto al peso de

30. detergente, se agrega una pieza de algodón de otro tejido,



de 5 g, que se trata inmediatamente en un "launder-o-meter" durante un período designado, a una temperatura indicada; el tejido se retira inmediatamente, se enjuaga con agua, y se seca.

- 5. Se realizan en el tejido una serie de aplicaciones análogas, utilizando distintas cantidades de las soluciones de ensayo del agente de azulado a ensayar. Se los compara a continuación bajo la ultra-violeta con la tonalidad del agente de azulado utilizado como patrón para determinar cual de las tonalidades y el agente de azulado a ensayar proporcionan una fluorescencia igual bajo la luz ultra-violeta. A partir de la cantidad de agente de azulado a ensayar necesaria para obtener una tonalidad equivalente por comparación con el patrón, se determina la fuerza relativa del agente de azulado a ensayar, con respecto al agente de azulado patrón. El tinte de fluorescencia y el efecto de blanqueo se observan también.

- 15. Se indican a continuación los detalles de la preparación de la solución y de la aplicación para los diversos ensayos. (La cantidad de agente de azulado utilizada se ajusta de acuerdo con el contenido real de agente de azulado de la muestra en determinadas circunstancias; o bien, la aplicación puede realizarse en determinadas circunstancias en una base de la misma absorbencia (base K igual); ó bien, cuando se hace sobre una base "tal cual" las cifras pueden ajustarse para una comparación real).

I - Ensayos sobre algodón y nylon: 1 y 5 lavados

- 30. 0,06 % de agente de azulado - en peso detergente
- 0,50 % de detergente - en peso solución
- relación de los líquidos 20:1
- ensayo: 25 minutos a 55°C
- enjuagar

322614



II - Ensayos sobre poliéster:

- 1. 0,025 % de agente azulado - en peso fibra
0,50 % de detergente - en peso solución
relación de los líquidos 20:1
ensayo: 25 minutos a 55°C
enjuagar
- 5. 2. 0,025 % de agente de azulado- en peso fibra
0,50 % de auxiliar de tintura- en peso solución
relación de los líquidos 40:1
calentar hasta ebullición
hervir 45 minutos
enfriar y enjuagar

Según la Patente Norteamericana nº 2,881,045.
Se realiza también un ensayo como en (II) pero sin auxi-
liar de tintura.

10.

III- Ensayos de tintura en algodón tratado con resina:

- 0,10 % de agente azulado - en peso detergente
0,50 % de detergente - en peso solución
relación de los líquidos 20:1
ensayo: 25 minutos a 55°C
enjuagar

15.

Los resultados de estos ensayos se indican en las tablas
siguientes:

TABLA A

ALGODON Y NYLON

20.	Absorción a partir de Una solución a 0,5 %	Agente de azulado I	Agente de azu- lado del ejem- plo 1.
	Algodón: 1 lavado U.V.	Patrón, 100 %	Diferencia li- geramente menos elevada con res- pecto al blanco Aproximadamente 33 %
25.	Nylon: 1 lavado U.V.	Patrón, 100 %	Diferencia me- nos elevada con respecto al blan- co aproxima-da- mente 155 %
30.	Nylon: 5 lavados U.V.	Patrón 100 %	Diferencia me- nos elevada con respecto al blan- co. Aproximada- mente 155 %.



Puede comprobarse que el agente de azulado I es mejor que el compuesto del Ejemplo I, sobre algodón, pero menos eficaz sobre nylon. Sin embargo, el agente de azulado I no puede aplicarse a partir de un baño ácido, y es inutilizable sobre otros soportes. Como se verá, el agente de azulado de acuerdo con este invento se compara favorablemente con otros agentes de blanqueo en su campo especializado de utilización.

5.

TABLA B

10.

POLIÉSTER

Agotamiento partiendo de una solución acuosa al 0,5 %.	-Agente de azulado II.	-Agente de azulado del Ejemplo 1.
--	------------------------	-----------------------------------

Poliéster: 1 lavado luz del día (norte)	Patrón, 100 % (0,25% en peso fibra)	-100 % aproximadamente
---	-------------------------------------	------------------------

15.

Poliéster: 5 lavados luz del día (norte)	Patrón, 100 % (0,25 % en peso fibra)	-100 % aproximadamente
--	--------------------------------------	------------------------

Agotamiento partiendo de agua solamente.

Poliéster: luz del día (norte)	Patrón, 100 % (0,25 % en peso fibra)	-100 % aproximadamente
--------------------------------	--------------------------------------	------------------------

Los colorantes con un agente de dispersión dan la misma relación de fuerza.

20.

TABLA C

ALGODON TRATADO CON RESINA

Agotamiento a partir de una solución al 0,5 %	Agente de azulado III	-Agente de azulado del Ejemplo 1
---	-----------------------	----------------------------------

25.

Algodón tratado con resina melamina U.V.	Patrón 100 % (0,10% sobre peso detergente)	-Diferencia menos elevada al blanco. Aproximadamente 185 %
--	--	--

Algodón tratado con resina triazona U.V.	Patrón 100 % (0,05% sobre peso detergente)	-Diferencia menos elevada con respecto al blanco. aproximadamente 75 %
--	--	--

30.

322614



Puede comprobarse que, para ciertos tipos de algodones tratados con resina, el agente de azulado de acuerdo con este invento es mejor que los agentes de azulado especializados para este fin, y ligeramente menos bueno para otros tipos de algodones tratados con resina.

5.

Pero estos agentes de azulado especializados no pueden utilizarse para otros soportes, mientras que los agentes de azulado de acuerdo con este invento son ampliamente aplicables a otros soportes.

10.

TABLA D

Fibra tratada por absorción partiendo de una solución acuosa al 0,5 %	Agente de azulado IV	-Agente de azulado del Ejemplo 1.
Algodón	100 %	-1000 %
Nylon	100 %	-2000 %
Acetato	100 %	-1200 %
15. Poliacrilonitrilo	Ningún efecto de blanqueo	-Efecto de blanqueo definido

En los ensayos del tipo precedente, el compuesto de fórmula I en el que todos los símbolos R son hidrógeno y A, nitrógeno, posee propiedades análogas inesperadas

20.

EJEMPLO 7

El agente de azulado del Ejemplo 1, se aplica igualmente, utilizando procedimientos análogos a los descritos en el Ejemplo 6, a algodón, partiendo de un baño que contiene de 0,005 a 0,100 % de atenuador del tipo catiónico; se obtiene efectos de azulado análogos a los obtenidos en el Ejemplo 6.

25.

La aplicación, partiendo de un baño que contiene 0,002 % de agente de blanqueo del tipo hipoclorito, a algodón, proporciona resultados igualmente análogos.

30.

La aplicación a partir de un baño ácido, proporciona efectos de azulado similares.



322614

EJEMPLC 8

El agente de azulado del Ejemplo 1, se aplica igualmente a fibras triacetato y fibras de polipropileno, utilizando procedimientos análogos a los descritos en el Ejemplo 6; los detalles de la preparación del baño son los siguientes:

5.

Ensayos de tintura en triacetato

10.

0,10 % de agente de azulado -en peso detergente
0,50 % de detergente -en peso solución
relación de líquidos 20:1
ensayo: 25 minutos a 55°C
enjuagar

Ensayos de tintura sobre polipropileno

15.

1. 0,05 % de agente de azulado -en peso tejido
0,10 : agente superficie activa -en peso solución
relación de los líquidos 40:1
ensayo: 40 minutos a ebullición
2. 0,10 % de agente azulado -en paso detergente
0,50 % detergente -en paso solución
relación de líquidos 20:1
ensayo: 25 minutos a 55°C
enjuagar

Las muestras del tejido tratado parecen más blancas y más brillantes que las piezas de tejido sin tratar.

20.

Podrían facilitarse otros datos para indicar la selectividad de los agentes de azulado conocidos para pequeños grupos especiales de soportes y el carácter no-selectivo de los agentes de azulado, de acuerdo con este invento, pero este carácter se desprende de la descripción anterior.

25.

N O T A

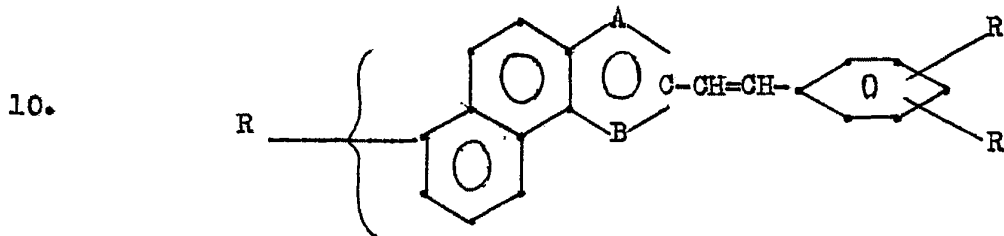
30.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita



Patente de Introducción por 10 años en España, sobre:
"PROCEDIMIENTO PARA BLANQUEAR OPTICAMENTE MATERIALES POLI-
MEROS", caracterizándose por lo siguiente:

5. 1ª.- Procedimiento para blanquear ópticamente
materiales polímeros, caracterizado porque se ponen en con-
tacto íntimo, los materiales polímeros con un compuesto de
fórmula general I;



15. -en la que A y B son distintos y significan oxígeno y nitró-
geno, y los símbolos R son hidrógeno, radicales alquilo
que tengan hasta 6 átomos de carbono, cloro o flúor- en pre-
sencia de agentes catiónicos y/o de un agente de blanqueo.

20. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
caracterizado porque se forma una mezcla íntima entre un
agente de blanqueo, un atenuador para textiles, y/o un agen-
te antiestático con un compuesto de fórmula I, siendo tal
la proporción de la mezcla que al tratarse un material polí-
mero con ella la pueda dar un aspecto ópticamente brillante.

25. 3ª.- "Procedimiento para blanquear ópticamente
materiales polímeros", tal y como queda substancialmente
descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de veintidós hojas escritas a
máquina por una sola cara.

Madrid,

4 FEB. 1966

AMERICAN CYANAMID COMPANY

J. GÓMEZ ACEBO y MODET
p. p. Firmado: A. GARCÍA BRAVO