

CASE 2081+



323673

323673

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA SINTESIS DE ACLARADORES OPTICOS  
DE LA SERIE ESTILBENICA", a favor de la firma suiza  
J.R. GEIGY A.G., domiciliada en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

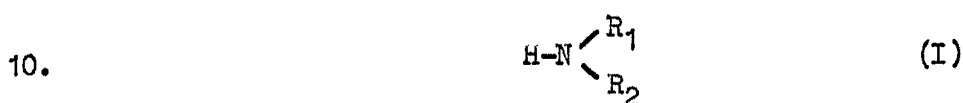
Este invento atañe a nuevos aclaradores ópticos de la serie estilbénica, a un procedimiento para su síntesis, a su empleo para la aclaración óptica de materiales celulósicos y poliamídicos y asimismo, como productos industriales, a los materiales celulósicos y poliamídicos, mejorados en el aspecto, que presentan un contenido de los nuevos aclaradores ópticos.

Se ha descubierto que se obtienen valiosos aclaradores ópticos de la serie estilbénica si se hacen



323673

reaccionar 2 moles de 2,4,6-trihalogen-1,3,5-triazina (en particular, 2,4,6-tricloro-1,3,5-triazina), por el orden de sucesión que se quiera, con 1 mol de ácido 4,4'-diamino-estilben-2,2'-disulfónico o de una sal soluble de éste, 2 moles de 2,6-dimetil-morfolina y, eventualmente, 2 moles de un alcohol inferior, eventualmente substituído, de un mercaptano alifático inferior o de una amina primaria o secundaria de la fórmula I

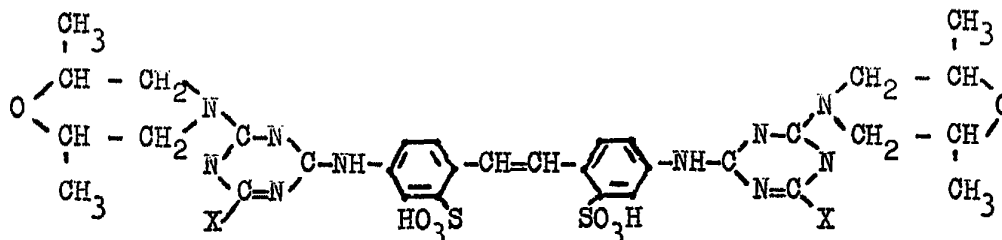


en la que

15.  $\text{R}_1$  significa hidrógeno o un grupo alquilo inferior eventualmente substituído, y
- $\text{R}_2$  significa un grupo alquilo inferior, eventualmente substituído, o un radical arilo (en particular, fenilo) substituído por grupos ácidos formadores de sales;
20. o bien
- $\text{R}_1$  y  $\text{R}_2$ , junto con el nitrógeno, forman un anillo, o con amoníaco, para formar un compuesto de la fórmula II



323673



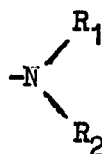
5.

(II)

en la que

X representa cloro, un grupo alcoxi inferior o alquiltio inferior, eventualmente substituído, el grupo amino o un grupo amino substituído de la fórmula

10.



15.

donde R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> tienen el significado expuesto en la fórmula I.

20.

Cuando R<sub>1</sub> o R<sub>2</sub> significan en la fórmula I un grupo alquilo inferior, éste presenta con ventaja de 1 a 4 átomos de carbono. Si este grupo alquilo está substituído, como substituyentes entran en consideración sobre todo los no cromóforos que son usuales en los aclaradores, principalmente el grupo hidroxilo, los grupos alcoxi (ventajosamente con 1 a 4 átomos de carbono), los grupos de ácido sulfónico, ácido carboxílico, amida de ácido sulfónico o

25.



323673

- amida de ácido carboxílico o los grupos aromáticos, en particular el grupo fenilo. Si  $R_2$  constituye un radical arilo substituído por grupos ácidos formadores de sales, como tales grupos ácidos formadores de sales entran en consideración los grupos de ácido sulfónico, en primer término, pero también los grupos de ácido carboxílico o un grupo disulfimido. Al mismo tiempo, el grupo arilo puede estar ulteriormente substituído por substituyentes no cromóforos usuales en los aclaradores ópticos, como grupos de alquilo o alcoxi inferior o halógeno. Si  $R_1$  y  $R_2$  junto con el nitrógeno forman un anillo, se trata aquí, por ejemplo, de un anillo pentagonal, como el anillo pirrolidínico, o de un anillo hexagonal, como el anillo piperidínico, morfolinico o 2,6-dimetilmorfolinico.

- 5.
- 10.
- 15.
- Cuando X significa un grupo alcoxi o alquiltio inferior, éste presente con ventaja de 1 a 4 átomos de carbono. Si estos grupos están substituídos, en calidad de substituyentes entran en consideración, sobre todo, el grupo hidroxilo o los grupos alcoxi inferiores.

- 20.
- 25.
- 30.
- La reacción del ácido 4,4'-diamino-estilben-2,2'-disulfónico, o de una sal soluble de éste, con el compuesto triazínico se efectúa con ventaja en la primera o la segunda etapas. En este caso se condensa en la primera etapa a temperatura de 0 a 10° C, de preferencia; en la segunda etapa, a temperatura de 0 a 60° C; y en la tercera etapa, a temperatura de 60 a 95° C. Se actúa ventajosamente en solución acuosa u orgánicoacuosa, en cuyo caso la porción orgánica de la solución consta de cetonas alifáticas inferiores, como acetona o metil-etil-cetona, o de éteres

323673



5. cíclicos solubles en agua, como dioxano, y en presencia de un agente aceptor de ácido, como los carbonatos alcalinos y bicarbonatos alcalinos o los hidróxidos alcalinos. Si se hace reaccionar la 2,6-dimetilmorfolina o una amina no aromática de la fórmula I en la última etapa, es conveniente emplear un exceso de ella; el exceso sirve de agente aceptor de ácido. Siempre que en la última etapa la reacción se haga con un compuesto de la fórmula I en el que R<sub>2</sub> signifique un grupo arilo substituído por grupos ácidos formadores de sales, se actúa con ventaja en la gama ácida del pH, por ejemplo con pH de 2 a 5.

10. Se obtienen compuestos de la fórmula II particularmente favorables mediante reacción de 2 moles de 2,4,6-trihalogen-1,3,5-triazina con 1 mol de ácido 4,4'-diamino-estilben-2,2'-disulfónico, o de una sal soluble de éste, y 2 moles de 2,6-dimetilformolina, sin ulterior transformación; o mediante ulterior reacción con 2 moles de un alcohol inferior o 2 moles de un ácido aminobencensulfónico, eventualmente substituído por cloro, grupos de alquilo inferior o grupos de alcoxi inferior.

15. Los nuevos compuestos estilbénicos de la fórmula II pertenecientes a este invento se aíslan convenientemente de la mezcla reaccional en forma de sales alcalinas.

20. Los nuevos aclaradores de la serie estilbénica son aptos para la aclaración óptica de material celulósico y poliamídico en solución acuosa. En concepto de material celulósico entran en cuenta tanto el natural (como algodón, cáñamo, yute o ramio) como el regenerado (como la-

323673



na celulósica, celulosa o papel); y en concepto de material poliamídico, igualmente el natural (como lana o seda) o el sintético (como nilón, perlón, etc.)

5. El contenido de los baños acuosos de tratamiento textil en emblanquecedores de la fórmula II es ventajosamente de 0,01 a 1,0 % respecto al peso del material que se ha de aclarar. El material celulósico o poliamídico tratado con una solución acuosa que contenga tales aclaradores adquiere un aspecto atractivo, de un blanco puro con fluorescencia azul-violada.
- 10.

15. Propiedades sumamente ventajosas de los compuestos estilbénicos de este invento son, según la composición, su gran substantividad, su buena resistencia a los ácidos (por ejemplo, el ácido acético) y a las sales que se usan en el acabado de los géneros textiles o la fabricación de papel (como el cloruro magnésico, el cloruro de zinc, el nitrato de zinc, el tetrafluoruro bórico de zinc o el sulfato de aluminio). Esto atañe particularmente a
20. los aclaradores de la fórmula II en que X significa un grupo alcoxi o un grupo amino orgánico provisto de grupos sulfónicos. Gracias a estas propiedades, los nuevos aclaradores de la fórmula II pueden emplearse en baños que contengan precondensados aptos para el apresto con resinas
25. sintéticas de materiales celulósicos (por ejemplo, derivados metilólicos, solubles en agua, de urea o de otros compuestos nitrogenados orgánicos), así como catalizadores necesarios para la policondensación de dichos precondensados (como cloruro de zinc o cloruro de magnesio). A causa
30. de su buena compatibilidad con las sales ácidas (por ejem-

323673



5. plo, el sulfato de aluminio), los nuevos compuestos estilbénicos sirven también para aclarar el papel encolado en la pasta de papel. Esta propiedad constituye sobre todo una ventaja cuando para la fabricación del papel se emplean las llamadas "segundas aguas", que contienen un porcentaje relativamente alto de sal de aluminio ácida.

10. Otra propiedad favorable de los aclaradores de este invento consiste en que, aún con una dosificación elevada, no confieren ningún tinte verdoso al material aclarado con ellos. Esto vale sobre todo para los compuestos estilbénicos de la fórmula II en que X significa un grupo alcoxi.

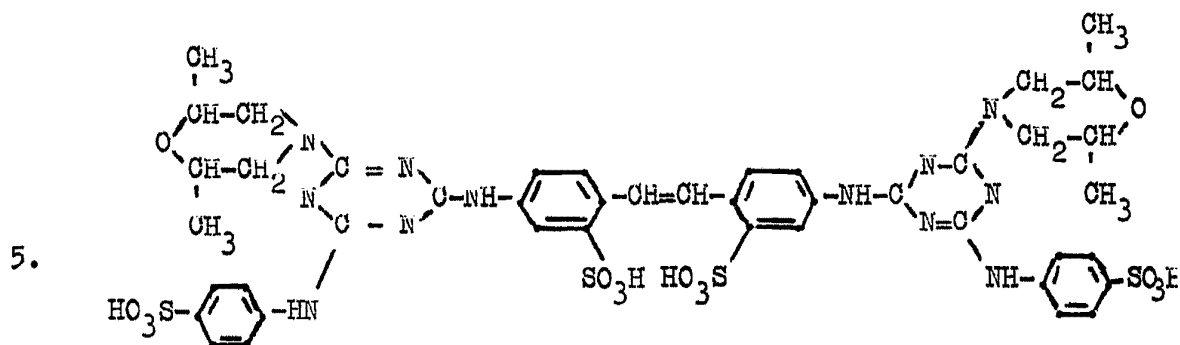
15. Los ejemplos que siguen ilustran el invento. En estos ejemplos, las temperaturas están indicadas en grados centígrados, y las partes significan, en tanto no se exprese otra cosa, partes en peso. Las partes en peso se refieren a los volúmenes como el gramo al mililitro o centímetro cúbico.



323673

28 FEB 1966

E J E M P L O 1.



10. Se disuelven en 700 volúmenes de acetona 75 partes de 2,4,6-tricloro-1,3,5-triazina y se vierte la solución, agitando, en 1800 partes de una mezcla de hielo y agua. A la solución así obtenida de dicha triazina se hace afluir, agitando bien y en el curso de una hora, una
15. solución de 82,8 partes de ácido 4,4'-diaminoestilben-2,2'-disulfónico sódico y 21,5 partes de carbonato sódico en 950 partes de agua a 0-5°. A la solución amarillenta originada de sal disódica de ácido 4,4'-bis-[4",6"-dicloro-1",3",5"-triazinil-(2")-amino]-estilben-2,2'-disulfónico
20. se añade a temperatura de 5 a 25° y en el curso de 30 minutos una solución de 69,2 partes de 4-sulfofenilamina y 16 partes de hidróxidos sódico en 400 volúmenes de agua, mientras se neutraliza mediante adición simultánea de una solución acuosa de 22 partes de carbonato sódico el ácido que
25. se va desprendiendo. A continuación se prosigue la agitación de la mezcla reaccional a temperatura de 30 a 40° hasta que la 4-sulfofenilamina ha desaparecido por completo. A

323673



- la mezcla obtenida se incorporan, a temperatura de 50 a 60°, 120 partes de 2,6-dimetilmorfolina, en el curso de 15 minutos. A continuación se eleva hasta 90° la temperatura de la mezcla reaccional y se destila la acetona en el refrigerador descendente. Luego se agita a temperatura de 90 a 100° la solución obtenida, durante una hora, y se ajusta el pH de la solución, mediante adición de hidróxido sódico, a 8,5-9. Después se trata la solución, a 70°, con cloruro sódico al 25 % (respecto al volumen de la solución) y se prosigue agitando a dicha temperatura durante una hora todavía. Ello hace que se precipite la sal disódica del compuesto de la fórmula anterior.
- 5.
- 10.

- Después del enfriamiento, se separa este producto por filtración, se le lava con solución fría de cloruro sódico, al 20 %, y se le seca a 80°.
- 15.

- Se obtiene un polvo amarillento, soluble en agua y cuya solución diluída da a la luz del día fluorescencia azulina. El preparado obtenido puede emplearse de la manera ordinaria para la aclaración óptica de fibras de celulosa y de poliamida.
- 20.

- Si, en lugar de la 4-sulfofenilamina, se emplea una de las arilaminas que se citan a continuación y se procede en lo demás tal como se ha indicado en el ejemplo, se obtienen aclaradores ópticos de propiedades semejantes.
- 25.

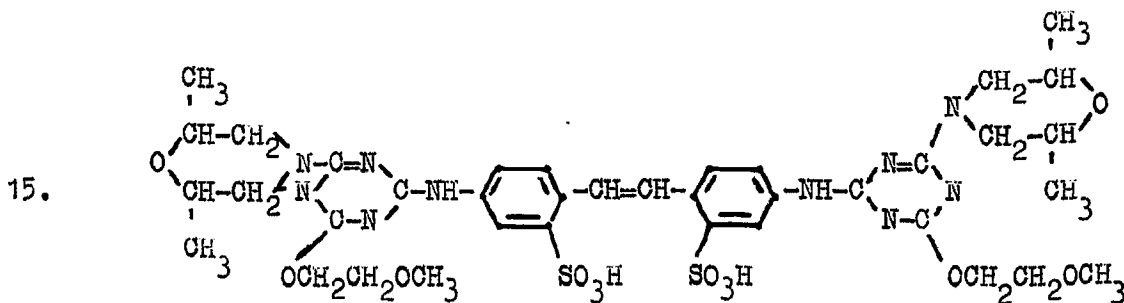
2. 2-metil-4-sulfofenilamina  
3. 3-metil-4-sulfofenilamina  
4. 4-metil-3-sulfofenilamina  
30. 5. 2,5-dimetil-4-sulfofenilamina

323673



- 6. 3-sulfofenilamina
- 7. 3-metoxi-4-sulfofenilamina
- 8. 3-etoxi-4-sulfofenilamina
- 9. 3-cloro-4-sulfofenilamina
- 5. 10. 2-cloro-5-metil-4-sulfofenilamina
- 11. 2,5-dicloro-4-sulfofenilamina
- 12. 4-carboxifenilamina
- 13. 3-carboxifenilamina.

10. E J E M P L O 14.



20. Se disuelven en 700 volúmenes de acetona 75 partes de 2,4,6-tricloro-1,3,5-triazina y, agitando, se vierte la solución en 1800 partes de una mezcla de hielo y agua. A la suspensión así obtenida de dicha triazina se
25. hace afluir en el curso de una hora, agitando bien, una solución de 82,1 partes de ácido 4,4'-diaminoestilben-2,2'-disulfónico sódico y 21,5 partes de carbonato sódico en 950 partes de agua a 0-5°. A la suspensión amarillenta originada de sal disódica de ácido 4,4'-bis-4",6"-dicloro-
30. 1",3",5"-triazinil-(2")-amino-estilben-2,2'-disulfónico

323673



- se agregan 300 partes de cloruro sódico y se separa por filtración dicha sal disódica. Se suspende ésta a temperatura de 0 a 5°, en 400 partes de éter monometílico de etilenglicol y se trata la suspensión, en el curso de 1 1/2 horas, con una solución de 16,8 partes de hidróxido sódico, 40 volúmenes de agua y 50 volúmenes de éter monometílico de etilenglicol. Se agita entonces el conjunto durante 12 horas a temperatura de 0 a 10°, se le mezcla a continuación con 110 partes de 2,6-dimetilmorfolina y se calienta durante 1 1/2 horas a temperatura de 85 a 90°. Se clarifica en caliente la solución amarillenta obtenida, se la concentra en vacío hasta 300-350 partes, se la disuelve con 1000 partes de agua y se la trata con 200 partes de cloruro sódico, lo que hace que se precipite, durante el enfriamiento, la sal disódica del compuesto de la fórmula indicada al principio. Se aísla el producto obtenido y se le seca a 80°.

- Se obtiene un polvo amarillento de buena solubilidad en agua y cuya solución diluída de fluorescencia azul-violada a la luz del día. Este producto tiene buena afinidad para las fibras de celulosa y, gracias a su buena compatibilidad con las sales ácidas de aluminio, puede emplearse para la aclaración óptica del papel encolado en la pasta.

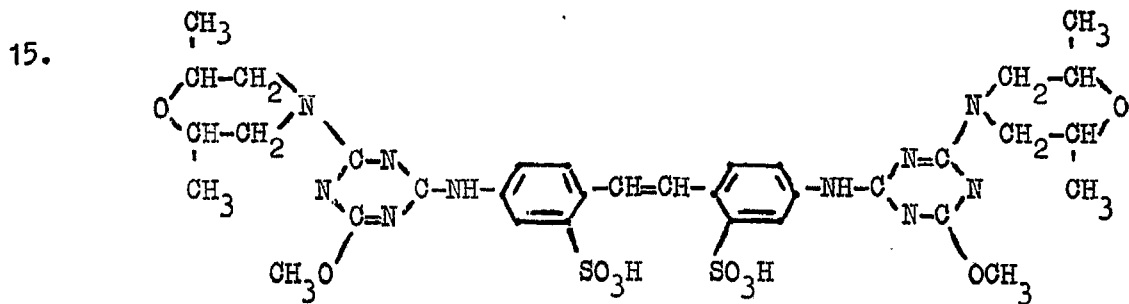
- Si, en lugar del éter monometílico de etilenglicol, se emplea uno de los alcoholes que se citan a continuación y se procede en lo demás tal como se ha indicado en este ejemplo, se obtienen aclaradores ópticos de propiedades semejantes.

323673



- 15. Eter monoetílico de etilenglicol
- 16. Eter monopropílico de etilenglicol
- 17. Eter monometílico de 1,2-propilenglicol
- 18. Eter monoetílico de 1,2-propilenglicol
- 5. 19. Eter monopropílico de 1,2-propilenglicol
- 20. Eter monometílico de 1,4-butilenglicol
- 21. Etilenglicol
- 22. 1,2-propilenglicol
- 10. 23. 1,3-propilenglicol.

E J E M P L O 24.



Se disuelven en 1000 partes de acetona  
 18,9 partes de 2,4-dicloro-6-metoxi-1,3,5-triazina (pre-  
 parada a base de metanol y 2,4,6-tricloro-1,3,5-triazina,  
 según J.Am.Chem.Soc. 79, 2989 -1951-) y se vierte la solu-  
 25. ción en una mezcla de 200 partes de hielo y 30 partes de  
 agua. La suspensión así obtenida se trata, a temperatura  
 de 0 a 5°, con una solución de 20,7 partes de ácido 4,4'-

323673



- diaminoestilben-2,2'-disulfónico sódico y 5,5 partes de carbonato sódico en 225 volúmenes de agua, en el curso de una hora. Se agita esta mezcla 12 horas a 20° y luego se la trata, a 46°, con 50 partes de cloruro sódico. Se separa por filtración la sal disódica precipitada de ácido 4,4'-bis- $\sqrt{4}$ "-cloro-6"-metoxi-1",3",5"-triazinil-(2")-amino $\sqrt{7}$ -estilben-2,2'-disulfónico y se la lava por una vez con solución al 10 % de cloruro sódico. Se suspende en 500 volúmenes de agua la sal disódica húmeda así obtenida y se trata la suspensión con 30 partes de 2,6-dimetilmorfolina. Luego se calienta la mezcla durante 1 1/2 horas a temperatura de 85 a 90°, se la clarifica a 85°, se precipita el producto de la reacción por salificación con 15 % (respecto al volumen de la mezcla) de cloruro sódico, se filtra y se seca.
- 5.
- 10.
- 15.

La sal disódica así obtenida del compuesto de la fórmula indicada al principio constituye un polvo de color amarillento pálido, soluble en agua y que, gracias a su buena afinidad para la celulosa y su buena estabilidad frente a los ácidos, puede emplearse para la aclaración óptica de los tejidos de algodón en un baño de apresto de resina sintética.

20.

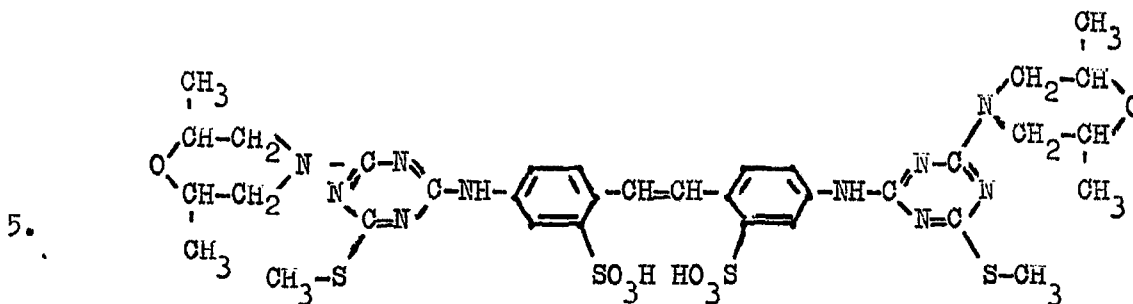
Si, en lugar de 2,4-dicloro-6-metoxi-1,3,5-triazina, se emplean cantidades equivalentes de 2,4-dicloro-6-etoxi-1,3,5-triazina, se obtiene, procediendo en lo demás de la misma manera, la sal disódica del ácido 4,4'-bis- $\sqrt{4}$ "-(2,6-dimetilmorfolino)-6"-etoxi-1",3",5"-triazinil-(2")-amino $\sqrt{7}$ -estilben-2,2'-disulfónico.

25.

323673



E J E M P L O 25.



10. A base de 75 partes de 2,4,6-tricloro-1,3,5-triazina, 82,2 partes de ácido 4,4'-diaminoestilben-2,2'-disulfónico sódico y 21,5 partes de carbonato sódico se prepara, tal como se ha descrito en el Ejemplo 1, una suspensión de sal disódica de ácido 4,4'-bis-4",6"-dicloro-
15. 1",3",5"-triazinil-(2")-amino-estilben-2,2'-disulfónico en una mezcla de agua y acetona. A temperatura de 5 a 10° y en el curso de 20 minutos, se agrega una solución de 20 partes de metilmercapto y 16 partes de hidróxido sódico
20. en 200 partes de agua y se prosigue agitando durante 12 horas a 20-25°. Después de añadir 300 partes de cloruro sódico, se separa por filtración la sal disódica, amarillenta, del ácido 4,4'-bis-4"-cloro-6"-metiltio-1",3",5"-triazinil-(2")-amino-estilben-2,2'-disulfónico formado,
25. se la suspende en 2000 partes de agua, se trata la suspensión con 100 partes de 2,6-dimetilmorfolina y se calienta durante 2 horas a 90-95°. Se clarifica la solución amarillenta obtenida y, mediante adición de 200 partes de

323673

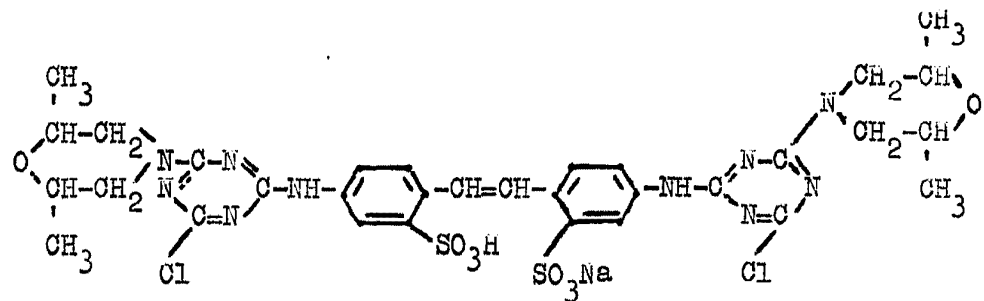


5. cloruro sódico, se precipita el producto de la reacción. Después de secar, se obtiene la sal disódica del ácido disulfónico cuya fórmula se encabeza, en forma de un polvo amarillento, soluble en agua, cuya solución acuosa puede emplearse para la aclaración del material de celulosa.

10. Si, en lugar del metilmercapto, se emplean cantidades equivalentes de etil-, propil- o 2-hidroxietilmercaptano, se obtienen, procediendo en lo demás de la misma manera, productos finales correspondientes que están dotados de propiedades semejantes.

E J E M P L O 26.

15.



20.

25. A base de 75 partes de 2,4,6-tricloro-1,3,5-triazina, 82,2 partes de ácido 4,4'-diaminoestilben-2,2'-disulfónico sódico y 21,5 partes de carbonato sódico se prepara, tal como se ha descrito en el Ejemplo 1, una suspensión de la sal disódica del ácido 4,4'-bis-4",6"-dicloro-1",3",5"-triazinil-(2")-amino-estilben-2,2'-disulfónico en una mezcla de agua y acetona. Luego se hacen



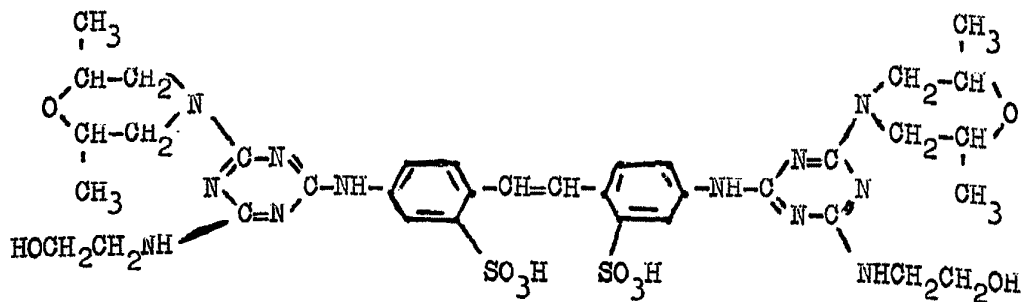
28

# 323673

afluir, a 5-10° y en el curso de 10 minutos, 50,5 partes de 2,6-dimetilmorfolina. A continuación se añade a la mezcla reaccional, a 15°, una solución acuosa al 15 % de 55 partes de carbonato sódico, de tal modo que esta mezcla presente un pH de 8 a 9. Se obtiene una solución amarillenta, límpida. Después de añadir 100 partes de cloruro sódico, se prosigue agitando el conjunto durante 12 horas a 20-30°. La sal disódica formada del compuesto cuya fórmula encabeza este ejemplo se precipita en forma de un depósito de color amarillento pálido, fácil de filtrar, Después de secar a 65-70°, se obtiene el producto en forma de polvo amarillento, de solubilidad relativamente buena en agua.

La solución acuosa diluída muestra a la luz del día fluorescencia azul-violada. El producto es apto para la aclaración óptica de substratos de poliamida en baño ácido caliente. Dado que posee cierta afinidad para las fibras de celulosa, también se le puede emplear para estas fibras en baño que contenga resina sintética, gracias a la buena resistencia del producto frente a los ácidos.

E J E M P L O 27.



323673

28



- 87 partes de sal disódica del ácido 4,4'-bis- $\sqrt{4}$ "-cloro-6"-(2,6-dimetilmorfolino)-1",3",5"-triazinil-(2")-amino-estilben-2,2'-disulfónico, preparada según el Ejemplo 26, se calientan durante dos horas a 85-95° en 1800 partes de agua con 30 partes de beta-hidroxietilamina y luego se precipita el producto de la reacción mediante adición de 200 partes de cloruro sódico.
- 5.
- Después del enfriamiento, se separa por filtración la sal disódica obtenida del compuesto cuya fórmula encabeza este ejemplo y se la seca a 80°.
- 10.
- Dicha sal disódica constituye un polvo débilmente amarillento y soluble en agua, que puede emplearse para la aclaración óptica de material celulósico en solución acuosa.
- 15.
- Si, en lugar de beta-hidroxietilamina, se emplean cantidades equivalentes de uno de los compuestos que se reseñan a continuación, se obtienen, procediendo en lo demás de la misma manera, productos finales correspondientes dotados de propiedades semejantes.
- 20.
28. Amoníaco
29. Metilamina
30. Dimetilamina
31. Etilamina
- 25.
32. Dietilamina
33. Beta-metoxi-etilamina
34. Beta-etoxi-etilamina
35. Bis-(beta-hidroxietil)-amina
36. Bis-(beta-metoxietil)-amina
- 30.
37. 2-(beta-hidroxietoxi)-etil-amina

323673



- 38. 2-(beta-metoxietoxi)-etil-amina
- 39. Beta-hidroxi-propilamina
- 40. Bis-(beta-hidroxi-propil)-amina
- 41. Gamma-hidroxi-propilamina
- 5. 42. Gamma-metoxi-propilamina
- 43. N-metil-N-beta-hidroxi-etilamina
- 44. N-etil-N-beta-hidroxi-etilamina
- 45. Pirrolidina
- 46. Piperidina
- 10. 47. Morfolina
- 48. 2,6-dimetilmorfolina
- 49. Hexametenimina
- 50. Acido metilaminoacético (sal sódica)
- 51. Acido N-metil-beta-aminoetansulfónico (sal sódica)
- 15. 52. Acido aminoacético (sal sódica)
- 53. 2-metilmorfolina.

E J E M P L O 54.

- 20. Una suspensión acuosa de 100 partes de celulosa en 4000 partes de agua se mezcla en la pila holandesa con una solución acuosa de 0,1 partes del aclarador del Ejemplo 14, durante 15 minutos, se trata con 2 partes de lechada de resina y 3 partes de sulfato de aluminio, se diluye con 20.000 partes de segundas aguas que contienen por litro 1 g de sulfato de aluminio y se elabora de la manera ordinaria para formar hojas de papel. Las hojas de papel obtenidas están manifiestamente aclaradas.
- 25.



323673

E J E M P L O 55.

5. Para preparar un papel cargado con pigmento blanco, una suspensión acuosa que contiene 85 partes de celulosa y 15 partes de un pigmento blanco de silicato de aluminio que se expende con la designación "China-Clay" se trata con 0,10 partes del aclarador obtenible según el Ejemplo 1 y se elabora de la manera ordinaria con 2 partes de lechada de resina y 4 partes de sulfato de aluminio para formar una textura de papel.

10. Se obtiene así un papel cargado de aspecto blanco.

E J E M P L O 56.

15. En un baño de fulardeo constituido por 535 partes de agua, 150 partes de un preparado al 50 % de dimetilol-urea, que se expende con la denominación comercial "Zeset S" (E.J. Du Pont de Nemours, Wilmington, Del., Estados Unidos), 15 partes de cloruro de magnesio y 2 partes del aclarador según el Ejemplo 24 se fulardea a la temperatura ambiente un tejido de popelín de algodón, que luego se exprime hasta el 65 %, se somete a un secado previo a 70° y se condensa durante 5 minutos a 140°.
20. Se obtiene un tejido de algodón con apresto inarrugable y de aspecto blanco brillante.



323673

EJEMPLO 57.

5. En un baño tintóreo con la proporción de líquido 1:40 que contiene 0,5 partes del aclarador preparado según el Ejemplo 26 y 3 partes de ácido acético, se tiñen durante 40 minutos a 70° 100 partes de hilo de Perlán con blanqueo químico previo.

Después de enjuagar y secar, se obtienen un hilo blanco brillante.

10.

EJEMPLO 58.

15. 120 partes de un condensado previo en forma de pasta al 50 %, de los corrientes en el comercio, que se compone de 80 partes de dimetilolurea y 20 partes de hexametilol-melamina, 10 partes de cloruro de zinc y 2 partes del aclarador indicado en el Ejemplo 14 se disuelven en 1000 partes de agua y se ajusta la solución a pH 5,0 con ácido acético.

20.

Con esta solución se impregna en el fular un tejido de celulosa regenerada (viscosa) previamente blanqueado, se le exprime hasta el 90%, se le seca y se le condensa durante 4 minutos a temperatura de 130 a 140°.

25.

El tejido inarrugable que se obtiene presenta un atractivo aspecto blanco.

Se obtienen efectos semejantes empleando tejidos de mezclas de algodón con poliéster en lugar de tejidos de algodón.

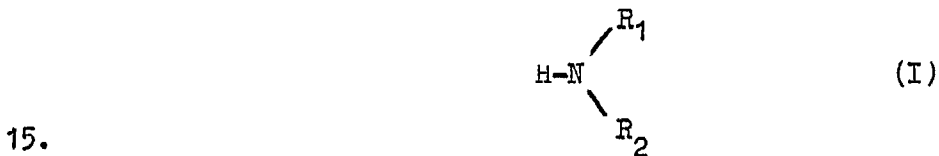


323673

NOTA

Hecha la descripción del invento, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

5. 1. Procedimiento para la síntesis de aclaradores ópticos de la serie estilbénica, caracterizado por hacerse reaccionar 2 moles de 2,4,6-trihalogen-1,3,5-triazina, por el orden de sucesión que se quiera, con 1 mol de ácido 4,4'-diamino-estilben-2,2'-disulfónico (o de una sal soluble de éste), 2 moles de 2,6-dimetil-morfolina y eventualmente 2 moles de un alcohol inferior (eventualmente, substituído),  
10. un mercaptano alifático inferior o una amina primaria o secundaria de la fórmula I



en la que

20.  $\text{R}_1$  significa hidrógeno o un grupo alquilo inferior, eventualmente substituído, y  
 $\text{R}_2$  significa un grupo alquilo inferior (eventualmente, substituído) o un radical arilo substi-

323673



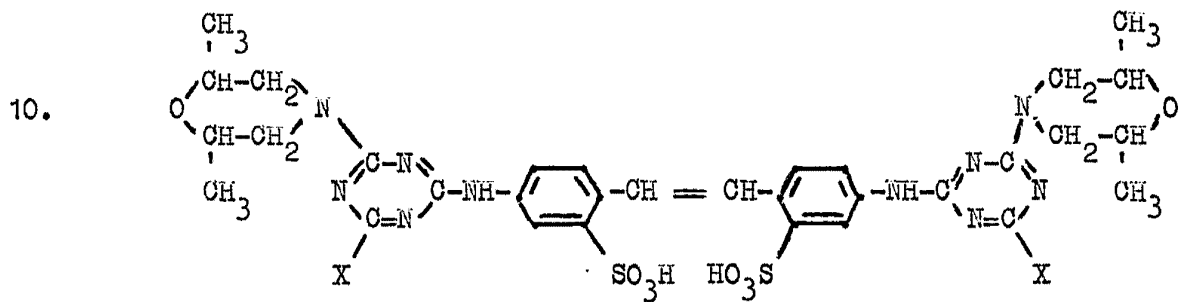
tituido por grupos ácidos formadores de sales,  
o bien

R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub>, junto con el nitrógeno, forman un anillo,

o con un amoniaco, para formar un compuesto de la fórmula II

5.

(II)

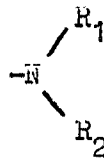


15.

en la que

X representa cloro, un grupo alcoxi inferior o  
alquiltio inferior (eventualmente, substituido),  
el grupo amino o un grupo amino substituido, de  
la fórmula

20.



25.

28 FEB



323673

donde  $R_1$  y  $R_2$  tienen el significado expuesto en la fórmula I.

5. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por hacerse reaccionar 2 moles de 2,4,6-trihalogen-1,3,5-triazina, por el orden de sucesión que se quiera, con 1 mol de ácido 4,4'-diamino-estilben-2,2'-disulfónico (o de una sal soluble de éste) y 2 moles de 2,6-dimetilmorfolina.
10. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por hacerse reaccionar 2 moles de 2,4,6-trihalogen-1,3,5-triazina, por el orden de sucesión que se quiera, con 1 mol de ácido 4,4'-diamino-estilben-2,2'-disulfónico (o de una sal soluble de éste), 2 moles de 2,6-dimetilmorfolina y 2 moles de un alcohol inferior.
15. 4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por hacerse reaccionar 2 moles de 2,4,6-trihalogen-1,3,5-triazina, por el orden de sucesión que se quiera, con 1 mol de ácido 4,4'-diamino-estilben-2,2'-disulfónico (o de una sal soluble de éste), 2 moles de 2,6-dimetilmorfolina y 2 moles de un ácido aminobencensulfónico (eventualmente, substituído por cloro, grupos de alquilo inferior o grupos de alcoxi inferior).
20. 5. Procedimiento para la síntesis de aclaradores ópticos de la serie estilbénica.
- 25.

Según se describe y reivindica en la presente memo-

323673<sup>28</sup>

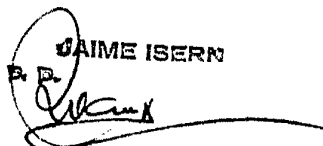


ria que consta de 24 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 28 FEB 1966

J.R. GEIGY A.G.

p. a.

JAIME ISERN  


Firmado: JOSE RODRIGUEZ