

324847



PATENTE DE INVENCIÓN

Le A 9364-Sp

324847

*Memoria Descriptiva*

*sobre*

"Procedimiento para la obtención de un medio blanqueador".

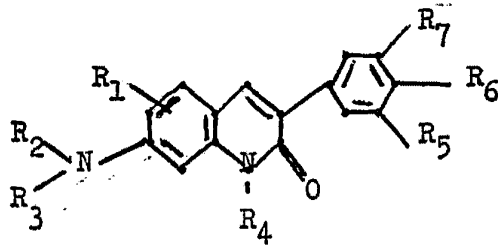
-----

*Solicitante:* FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad -  
alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

-----

El objeto de la presente invención es un procedimiento para la obtención de medios blanqueadores que como componente activo contienen compuestos de la serie 3-fenil-7-amino-carboestirilo de

5. fórmula



324847

Aquí significan  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$  y  $R_4$ , independientes entre sí, hidrógeno o radicales de alquilo inferior, tales como radicales de metilo o etilo, mientras  $R_5$ ,  $R_6$  y  $R_7$ , independientes entre sí, significan hidrógeno, radicales alquilo, tales como radicales de metilo y etilo, radicales alcoxi, tales como radicales de metoxi y etoxi, ó halógeno, tal como cloro y bromo.

Los medios blanqueadores de la presente invención son adecuados para el blanqueo de los más distintos materiales, ante todo para el blanqueo de fibras, hilos, tejidos, tricotados o folios de origen sintético, especialmente para el blanqueo de materiales de cloruro polivinílico y poliamidas, además para el blanqueo de jabones así como de lacas, especialmente de lacas a base de nitrocelulosa o acetato de celulosa. Los medios blanqueadores se pueden emplear en la forma usual, por ejemplo en forma de dispersiones acuosas o en forma de soluciones en disolventes orgánicos indiferentes; en caso deseado se pueden emplear en combinación con detergentes o masas de colada que sirven para la fabricación de folios o hilos. Las cantidades en medio blanqueador necesarias en cada caso se pueden determinar fácilmente mediante ensayos previos; por lo general son suficien-

324847

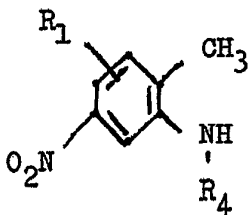
- 3 -



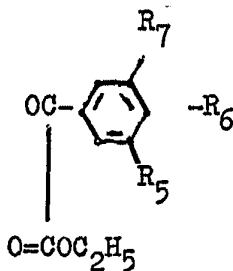
tes cantidades de 0,1 - 1% de medio blanqueador referido al peso del material a tratar.

Los compuestos a emplear según la presente invención como medios blanqueadores se obtie-

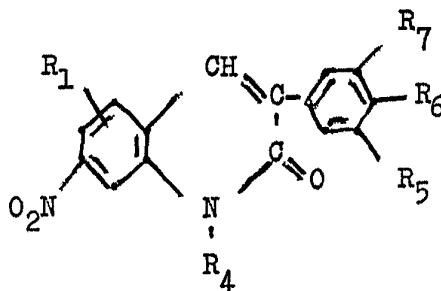
5. nen por ejemplo condensando 2-amino-4-nitro-toluenos de fórmula



con fenilglicoxilatos etílicos de fórmula



a 3-fenil-7-nitrocarboestirilos de fórmula



5. el radical nitro se reduce al radical amino y éste, en caso dado, se alquilita. En las fórmulas tienen R<sub>1</sub> y R<sub>4</sub> hasta R<sub>7</sub> el significado indicado al principio. Las partes indicadas en los ejemplos siguien-



tes son partes en peso.

Ejemplo 1

- 65 partes de cloruro polivinílico con un calor K de 72-74, 35 partes de dioctilftalato,
5. 2 partes de un compuesto de estaño orgánico usual en el mercado que sirve para la estabilización del cloruro polivinílico, 1 parte de dióxido de titanio Rutilo y 0,1 parte de 1-etil-3-fenil-7-dimetilamino-carboestirilo como medio blanqueador se laminan en un cilindro caliente con reducida fricción, a unos 165-170°C, durante 5 minutos. La piel obtenida se estira en una calandria de cuatro cilindros a un folio de un espesor de aproximadamente 300  $\mu$ . El folio está excelentemente blanqueado.
- 10.
15. El medio blanqueador empleado se había obtenido de la manera siguiente: 17,9 partes - de 2-etilamino-4-nitrotolueno, 16,2 partes de fenilgloxilato etílico y 2 partes de piperidina se calentaron agitando durante 8 horas a 200°C. 18 partes del
20. 1-etil-3-fenil-7-nitrocarboestirilo así obtenido se calentaron entonces en una mezcla de 50 partes de alcohol y 50 partes de ácido clorhídrico concentrado - al baño María y agitando se mezcló con una solución de 50 partes de cloruro estannoso en 100 partes de -
25. ácido clorhídrico concentrado. La mezcla de reacción se agitó aún durante una hora y después se enfrió. - El 1-etil-3-fenil-7-aminocarboestirilo precipitado - se filtró, se hirvió con 200 partes de sosa cáustica al 5%, después se filtró en caliente, se secó y se -
30. recristalizó un xilol. 13,2 partes del 1-etil-3-fenil-



- 7-amino-carboestirilo así obtenido, del punto de fusión 170-172°C, se disolvieron en 150 partes de dioxano, se mezcló con 25 partes de solución aproximadamente al 35% de formaldehído metanólico así como 10 partes de catalizador de níquel Raney y después se calentó en un autoclave durante 4 horas a una presión de hidrógeno de 110 atm. a 110°C. A continuación se separó en níquel Raney y el dioxano se destiló en vacío. El 1-etil-3-fenil-7-dimetilamino-carboestirilo residual poseía, después de recrystalizar en ciclohexano, un punto de fusión de 109-112°C.
- 5.
- 10.

#### Ejemplo 2

- Prendas de acetato de celulosa o de poliamidas sintéticas, que tienen un aspecto amarillento, se lavan en la forma usual con un detergente que, además de aproximadamente 20% de sustancias sintéticas de actividad lavadora y fosfatos complejos, silicato sódico, celulosa carboximética así como perborato sódico, contiene también 0,2% de 1-etil-3-fenil-7-dimetilamino-carboestirilo. Las prendas poseen entonces un aspecto blanco radiante.
- 15.
- 20.

#### Ejemplo 3

- Prendas de lana se lavan en la forma usual con un detergente adecuado para ropa fina que contiene 0,1% de 1-etil-3-fenil-7-dimetilamino-carboestirilo. Las prendas lavadas muestran después un aspecto blanco puro.
- 25.

#### Ejemplo 4

- Textiles de acetato de celulosa, lana, o poliamidas sintéticas que tienen un aspecto
- 30.



- amarillento, se tratan durante 30 minutos a 50-60°C con una solución acuosa que por litro contiene 3 g de ditionito sódico, 1,5 g de pirofosfato tetrasódico y 0,05 g de 1-etil-3-fenil-7-dimetilamino-carboestirilo. Los textiles así tratados están entonces puramente blancos.
- 5.

- Los textiles de fibras de nitrilo poliacrílico se pueden blanquear en igual forma si el tratamiento con la solución mencionada se efectúa a 80-100°C.
- 10.

Ejemplo 5

- En 100 kg de jabón duro, jabón de tocador o copos de jabón se elaboran 20 g de 1-etil-3-fenil-7-dimetilamino-carboestirilo. El carboestirilo se emplea aquí en forma de una suspensión acuosa o en forma de una solución saponífera. Los jabones originalmente teñidos de color amarillento reciben entonces un aspecto brillantemente blanco.
- 15.

- Si con estos jabones se lavan prendas de acetato de celulosa, lana o poliamidas sintéticas entonces éstas resultan asimismo blanqueadas.
- 20.

- En lugar del medio de blanqueo - 1-etil-3-fenil-7-dimetilamino-carboestirilo mencionado en los ejemplos 1-5 se puede emplear también el - 3-fenil-7-dimetilamino-carboestirilo del punto de fusión 258-262°C, el 1-metil-3-fenil-7-amino-carboestirilo del punto de fusión 190-192°C, el 1-metil-3-fenil-7-dimetilamino-carboestirilo del punto de fusión 170-173°C, el 1-metil-3-(4'-metilfenil)-7-dimetilamino-carboestirilo del punto de fusión 185-190°C, el -
- 25.
- 30.

324847



1-metil-3-(4'-metilfenil)-6-metil-7-dimetilamino-carboestirilo del punto de fusión 152-153°C, el 1-metil-3-(3',5'-dimetilfenil)-7-dimetilamino-carboestirilo del punto de fusión 151-153°C, el 1-etil-3-(3'-clorofenil)-7-dimetilamino-carboestirilo del punto de fusión 161-162°C, el 1-etil-3-fenil-7-monoetilamino-carboestirilo del punto de fusión 178-180°C ó el 1-etil-3-fenil-7-N-metil-N-etilamino-carboestirilo del punto de fusión 75-78°C.

10. Estos compuestos se obtienen si, análogo a la forma de obtención indicada en el ejemplo 1, se condensan entre sí los 2-amino-4-nitrotoluenos que entran en consideración y fenilglioxilato etílico, los nitrocarboestirilos formados se reducen a aminocarboestirilos y estos, en caso dado, se alquilizan.

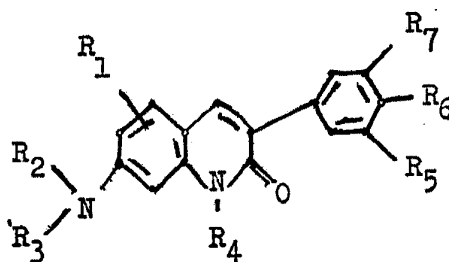
N O T A

20. 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. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 30 de marzo de 1965, bajo el número F 45.669 IVc/81, acogiéndose por tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre:



"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UN MEDIO BLANQUEADOR"; caracterizándose por lo siguiente:

- 1ª.- Procedimiento para la obtención de un medio blanqueador, caracterizado porque -
5. dispersiones acuosas o soluciones de disolventes orgánicos indiferentes se mezclan con un compuesto activo de la serie 3-fenil-7-amino-carboestirilo de fórmula



10. en la cual R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub>, independientes entre sí, significan hidrógeno o radicales de alquilo inferior, mientras R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub> y R<sub>7</sub> independientes entre sí, significan hidrógeno, radicales alquilo, radicales alcoxi o halógeno.

15. 2ª.- Procedimiento para la obtención de un medio blanqueador; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

29 MAR. 1966

~~FABRICA DE PRODUCTOS QUIMICOS BAYER AG~~

CHART,

J. GOMEZ ACEDO Y MODET

P. P. Firmados: F. Hernández Rula