

PATENTE DE INVENCION
=====

Ref: Le A 9503-Sp.

11 JUN.



327845

Memoria Descriptiva

sobre:

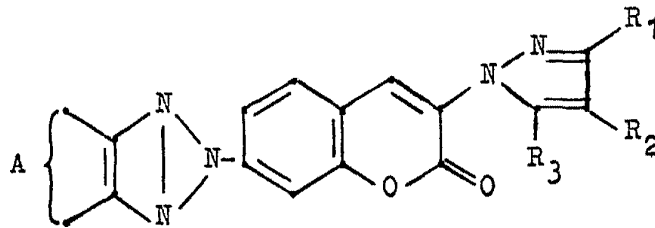
"Procedimiento para la obtención de medios
blanqueadores".

=====

Solicitante: FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad ale-
mana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

=====

El objeto de la presente invención son medios
blanqueadores que, como componente activo, contienen
compuestos de 3-pirazolil-7-aryltriazolil-cumarina
de fórmula general



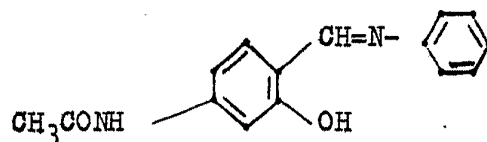
- En la que significan R_1 , R_2 y R_3 , independien-
tes entre si, hidrógeno o radicales de alquilo infe-
rior, tales como radicales metilo o etilo, mientras
que A significa un resto aromático, por ejemplo un
resto, en caso dado sustituido, de fenileno, naftile-
no o acenaftileno; como sustituyentes entran, con
excepción del radical nitro, en consideración por ejem-
plo halógeno, ciano, radicales alquilo y alcoxi, radi-
cales carboxílicos y sulfónicos, o bien sus ésteres,
así como los radicales de carbonamida y sulfonamida.

- Los medios blanqueadores son adecuados para
blanquear los mas distintos materiales, ante todo para
el blanqueo de fibras, hilos, tejidos, tricotados o
folios de origen sintético, especialmente para el blan-
queo de materiales de poliésteres. Pueden emplearse en
la forma usual, por ejemplo en forma de dispersiones
acuosas o en forma de soluciones en disolventes orgá-
nicos indiferentes; en caso deseado se pueden emplear
también en combinación con detergentes o masas de in-
yección que sirven para la fabricación de folios o hi-
los. Las cantidades de medio de blanqueo necesarias
en cada caso se pueden determinar fácilmente mediante

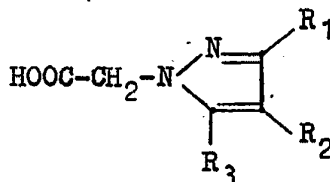


ensayos previos; por lo general son suficientes cantidades de 0,1 - 1 % de medio blanqueador referido al peso del material a tratar.

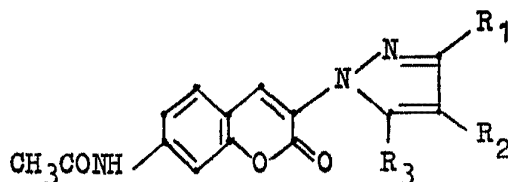
5. Las 3-pirazolil-7-ariltriazolil-cumarinas a emplear según la presente invención como medios blanqueadores se obtienen condensando 4-acetilamino-salicilidomanilina de fórmula



con ácidos pirazolil-1-acéticos de fórmula



10. en la que R₁, R₂ y R₃ tienen el significado antes indicado, a 3-pirazolil-7-acetilaminocumarinas de fórmula



los compuestos acetilamínicos formados se saponifican a las aminas libres y éstas entonces se diazotan, las sales diazónicas obtenidas se reaccionan con aminas



aromáticas primarias, que en la posición orto copulan con el radical amino primario, y los colorantes o-aminoazoicos formados se oxidan a los correspondientes compuestos triazólicos.

5. Las partes indicadas en los ejemplos siguientes son partes en peso.

Ejemplo

10. Un tejido de fibras de poliéster se impregna con una solución acuosa que por litro contiene 1 g de 3-pirazolil-7-naftotriazolilcumarina, 2 g de un medio de dispersión usual en el mercado y 1 g de un medio de humectación usual en el mercado. El tejido se exprime entonces hasta un aumento de peso del 100 %, después se seca y se calienta durante 20 segundos a 180°C. El
15. tejido así tratado muestra en comparación con un tejido sin tratar un fuerte blanqueado de muy buena solidez a la luz.

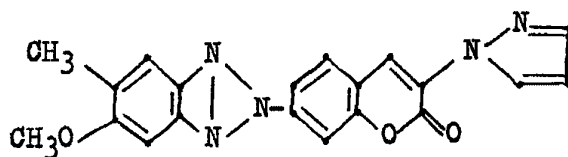
20. La 3-pirazolil-7-naftotriazolilcumarina empleada como medio blanqueador se había obtenido de la manera siguiente:

25. 127,6 partes de 4-acetilaminosalicilidenanilina, 75,0 partes de ácido pirazolil-1-acético, 49,0 partes de acetato sódico anhidro y 255 partes de anhídrido acético se calentaron agitando y bajo refrigeración al reflujo durante 5 horas. 26,9 partes de la 3-pirazolil-7-acetilaminocumarina así obtenida se calentaron entonces en una mezcla de 220 partes de ácido acético y 50 partes de ácido clorhídrico concentrado durante 30 minutos bajo refrigeración al reflujo, y el hidrocloreuro de la
30. 3-pirazolil-7-aminocumarina formado se diazotó después

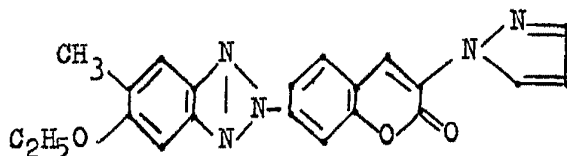
11 JUN



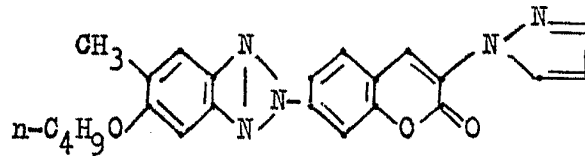
- de haber enfriado la solución de reacción a 0-5°C. Seguidamente se agregó a la solución de sal diazónica bajo agitación una solución de 14,3 partes de 2-naftilamina en 20 partes de ácido acético glacial; a continuación se ajustó la mezcla mediante goteado de sosa cáustica concentrada a un pH de aproximadamente 4 y después se agitó aún durante algunas horas a temperatura ambiente. El compuesto azoico formado se filtró, se lavó con agua, se secó y se suspendió en 500 partes de piridina. La suspensión se mezcló con 60 partes de acetato de cobre, se calentó, bajo refrigeración al reflujo, a temperatura de ebullición y después se enfrió. La 3-pirazolil-7-naftotriazolilcumarina precipitada se lavó con agua y se recristalizó en dimetilformamida; mostraba un punto de fusión de 271-272°C. En lugar de la 3-pirazolil-7-naftotriazolil-cumarina empleada se puede utilizar como medio blanqueador también uno de los siguientes compuestos 3-fenil-7-ariltriaazolil-cumarínicos:



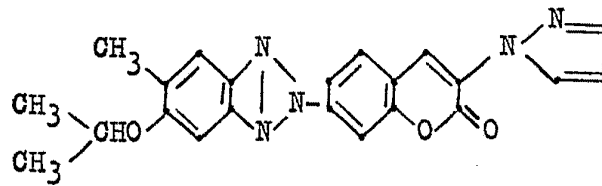
Punto de fusión
288 - 290°C



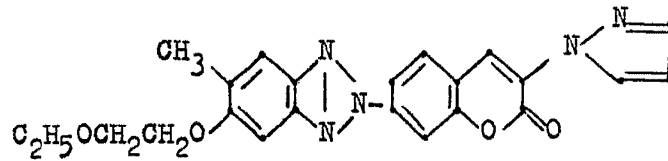
Punto de fusión
245 - 246°C



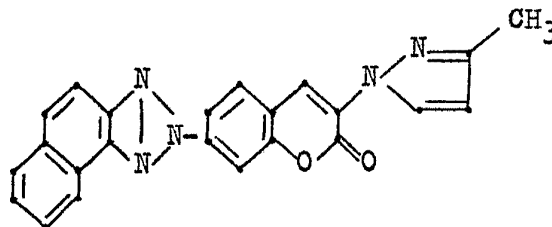
Punto de fusión
205 - 209°C



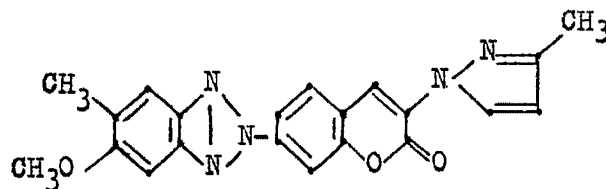
Punto de fusión
221 - 224°C



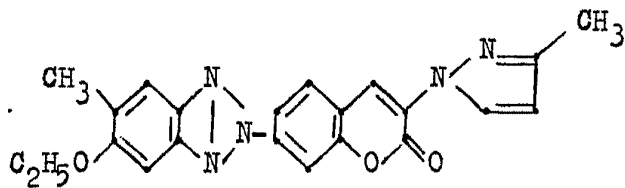
Punto de fusión
211 - 214°C



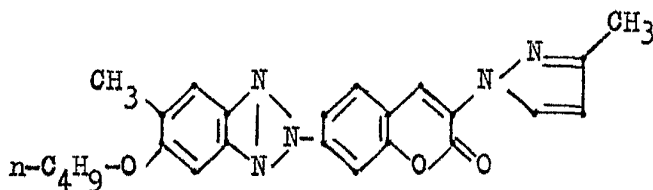
Punto de fusión
291 - 293°C



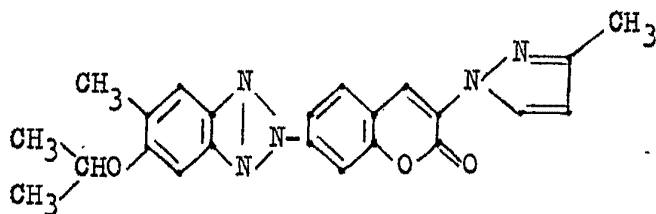
Punto de fusión
290 - 294°C



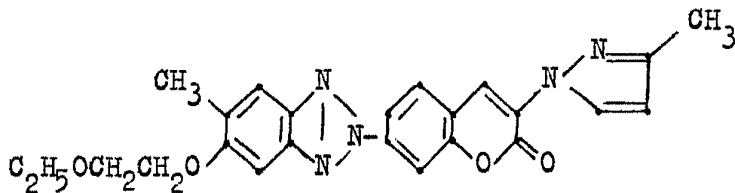
Punto de fusión
269 - 270°C



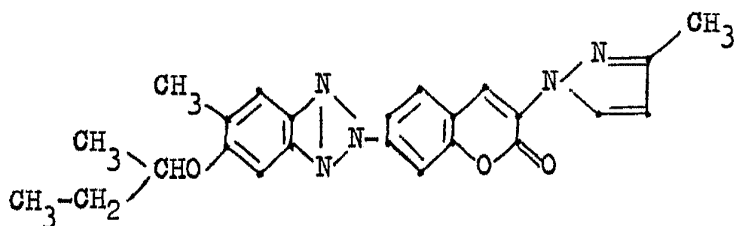
Punto de fusión
196 - 197°C



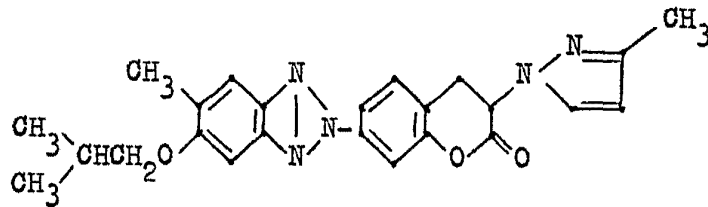
Punto de fusión
206 - 207°C



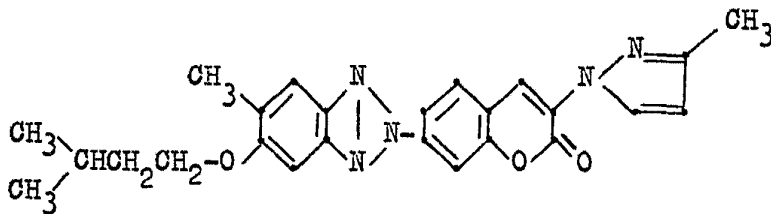
Punto de fusión
188 - 189°C



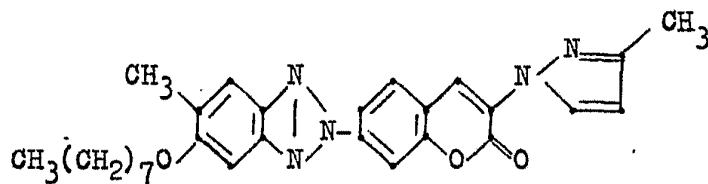
Punto de fusión
186 - 188°C



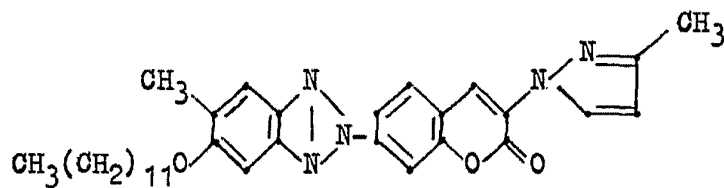
Punto de fusión
224 - 225 °C



Punto de fusión
196 - 197 °C



Punto de fusión
168 - 170 °C



Punto de fusión
159 - 160 °C

- Estos compuestos se obtienen empleando en la forma de obtención indicada en el ejemplo de arriba en lugar de la 3-pirazolil-7-aminocumarina, obtenida de 4-acetilaminosalicilidenanilina y ácido pirazolil-1-acético, la 3(3'-metilpirazolil)-7-amino-cumarina que se ob-
- 5.



5. tiene de 4-acetilaminosalicilidenanilina y ácido 3-metilpirazolil-1-acético y, en lugar de la 2-naftilamina, como componente de copulación el 1-metil-2-metoxi-4-aminobenceno, el 1-metil-2-etoxi-4-aminobenceno, el 1-metil-2-n-butoxi-4-aminobenceno, el 1-metil-2-i-propoxi-4-aminobenceno, el éter glicolmonoetil-mono(2-metil-5-amino)-fenílico, el 1-metil-2-butoxi sec.-4-aminobenceno, el 1-metil-2-i-butoxi-4-aminobenceno o bien el 1-metil-2-i-amiloxi-4-aminobenceno.

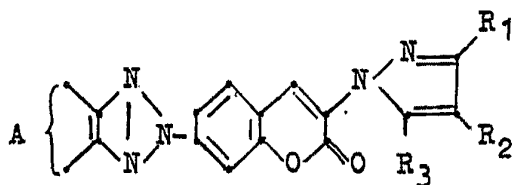
10.

NOTA

15. 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 12 de junio de 1965, No. F 46 315 IVc/8i; acogiéndose por lo 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 MEDIOS BLANQUEADORES"; caracterizándose por lo siguiente:

25.

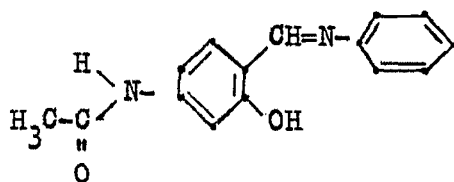
1a.- "Procedimiento para la obtención de medios blanqueadores", que como componente activo contienen compuestos de 3-pirazolil-7-ariltriazilil-cumarinas de fórmula general I



I

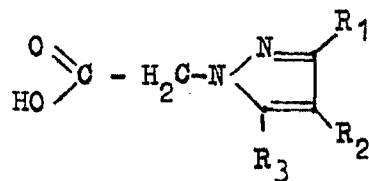
5. en la que R_1 , R_2 , R_3 significan un átomo de hidrógeno ó un radical alquilo inferior, tal como metilo ó etilo y A significa un resto aromático, en caso dado sustituido, tal como un radical fenileno, naftileno ó ace-naftileno, sustituidos por átomos de halógeno, y radicales ciano, alquilo, alcoxi, carboxílicos y sulfónicos ó sus ésteres, así como por radicales carbonamida y sulfonamida, caracterizado porque en una primera etapa se condensa una 4-acetilamino-salicilidenanilida de fórmula general II

10.



II

con un ácido pirazolil-1-acético de fórmula general III



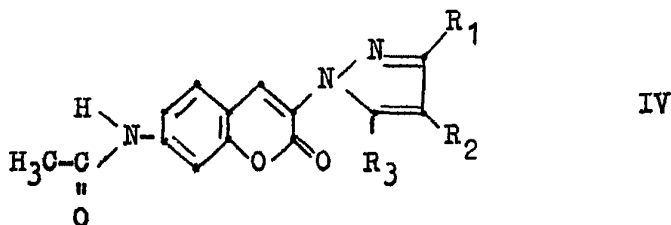
III

en la que R_1 , R_2 y R_3 tienen el significado de arriba, para producir el correspondiente derivado de 3-pirazo-



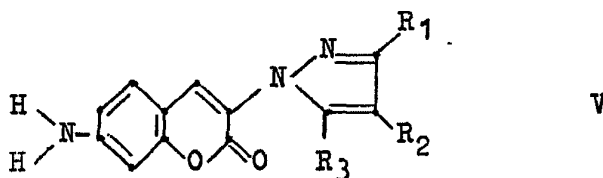
11 JUN 1966

lil-7-acetilaminocumarina de fórmula general IV, en la que R_1 , R_2 y R_3 tienen el significado anteriormente indicado,

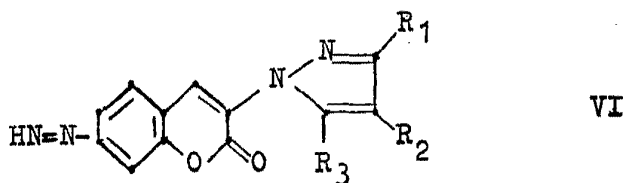


5.

en una segunda etapa se saponifica el derivado 3-pirazolil-7-acetilaminocumarina así obtenido, a su correspondiente amina libre, de fórmula general V



en la que R_1 , R_2 y R_3 tienen el significado de antes, que por diazotización proporciona la sal de diazonio de fórmula general VI



10.

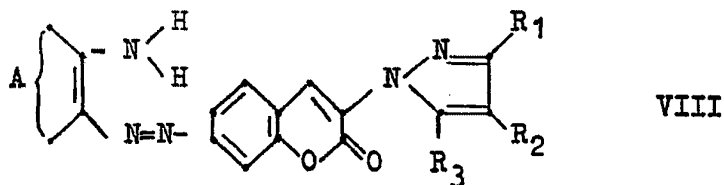
en la que R_1 , R_2 y R_3 tienen el significado de antes, en una tercera etapa se hace reaccionar un compuesto



de fórmula VI con una amina aromática primaria de fórmula VII, en la que A tiene el significado dado anteriormente



5. verificándose la copulación en posición orto respecto al radical amino primario con lo que se obtiene el colorante o-aminoazoico de fórmula general VIII



10. en la que A, R₁, R₂ y R₃ tienen el significado anteriormente indicado, y finalmente se efectúa la oxidación del compuesto de fórmula general VIII al compuesto triazónico de fórmula I

2ª.- "Procedimiento para la obtención de medios blanqueadores", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

15. Esta Memoria consta de 12 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

11 JUN 1966

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT
A GÓMEZ ACEBO Y CA
Firmador F. Hernández Ruiz