

374403

100



PATENTE DE INVENCION

ICI Case D. 21550 - SPAIN.

374403

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE C-08 D-06
SUBCLASE G L

## Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la preparación de composiciones  
poliméricas abrillantadoras.

---

*Solicitante:* IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad  
inglesa, residente en: Imperial Chemical House,  
Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

=====

Esta invención se relaciona con derivados  
del pireno y, más particularmente, con ácidos pireno-  
l-carboxílicos y derivados de éstos, útiles como agen-  
tes abrillantadores ópticos.

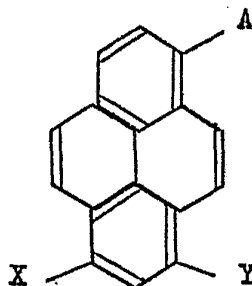
5.

De acuerdo con la invención, se proporcionan



composiciones polímeras de abrillantamiento que contienen un derivado del pireno de fórmula:

5.



10.

en la que A es un grupo ciano ó un grupo de fórmula  $CO_2R$  ó  $COSR$  en donde R es un átomo de hidrógeno ó un grupo alquilo, alquenilo, cicloalquilo, arilo, aralquilo ó heterocíclico ó un derivado sustituido de los mismos, y X é Y son cada uno un átomo de hidrógeno ó de halógeno ó un grupo alquilo ó un grupo de fórmula A, excepto que X é Y no deberán ser al propio tiempo grupos de fórmula A.

15.

Según una característica adicional de la invención, se proporciona un procedimiento para abrillantar materiales poliméricos mediante la incorporación en dicho material polimérico de un derivado del pireno como anteriormente se ha de finido.

20.

Los materiales poliméricos que pueden abrillantar-se de acuerdo con la invención incluyen materiales poliméricos sintéticos, por ejemplo, poliamidas tales como polihexametilenadipamida y policaprolactama, poliésteres tales como tereftalato de polietileno, poliuretanos, polímeros y copolímeros de acrilonitrilo y poliacrilonitrilos hidrolizados, metacrilato de polimetilo, poliestireno, polietileno, polipropileno, polímeros artificiales, por ejemplo, acetato de celulosa secundaria, triacetato de celulosa y celulosa regenerada tal como viscosa, y polímeros naturales, por ejemplo,

30.

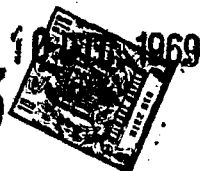
10 DIC 1960

- 3 374403



celulosa tal como algodón y papel, seda y lana.

- El método preferido de incorporación de los derivados del pireno de la invención en el material polimérico, particularmente cuando el material polimérico es un polímero sintético ó artificial en la forma de un material textil, es mediante el tratamiento del material polimérico con una dispersión acuosa del derivado del pireno. Tales dispersiones pueden obtenerse por molienda de los derivados del pireno en agua que contenga un agente dispersante adecuado, por ejemplo, dinaftilmetano-disulfonato disódico.
- 5.
- 10.
- Con preferencia, la dispersión acuosa es sustancialmente neutra, o ligeramente alcalina, pero pueden emplearse condiciones ácidas si se desea, si bien no son efectivas generalmente. El empleo de suspensiones sustancialmente neutras en el proceso de la invención permite la aplicación de estos agentes abrillantadores a materiales textiles al mismo tiempo que los colorantes dispersados, proporcionándose de esta forma unos teñidos con una tonalidad más brillante.
- 15.
- La temperatura de aplicación deberá ser de por lo menos 40°C. En el caso de acetato de celulosa secundaria, la temperatura será convenientemente de 85°C aproximadamente puesto que el empleo de temperaturas más elevadas puede reblandecer el material, pero con poliamidas, triacetato de celulosa, polímeros y copolímeros de acrilonitrilo y poliéteres, se prefiere tratar el material de poliamida en el punto de ebullición, aproximadamente 95 a 100°C, de la suspensión acuosa. Si es necesario pueden emplearse, sometidas a cualquier limitación técnica impuesta por la estabilidad térmica del material polimérico, temperaturas más elevadas, por ejemplo, de hasta 140°C, bajo presión superatmosférica.
- 20.
- 25.
- 30.



- Otro método de aplicación, de particular valor con materiales poliméricos sintéticos tales como tereftalato de polietileno, consiste en impregnar el tejido con una suspensión acuosa del derivado del pireno por imprimación,
5. preferiblemente a temperatura ambiente, y a continuación secar el tejido por calentamiento en aire a una temperatura comprendida entre 150 y 200°C, y con preferencia a 180°C aproximadamente, durante un corto período, especialmente entre 20 y 30 segundos.
10. Convenientemente, pueden añadirse agentes de superficie activa, por ejemplo, condensados de alcohol graso-óxido de etileno ó alquilnaftalenos sulfonados, y en muchos casos es preciso dispersar el derivado del pireno en un jabón ó detergente, el cual se emplea entonces para lavar y
15. abrillantar simultáneamente el material textil desde un medio acuoso. La incorporación de estos compuestos en jabones ó detergentes mejora igualmente la apariencia de los jabones ó detergentes y ésto constituye una característica más de la invención.
20. Los derivados del pireno pueden emplearse en conjunción con otros agentes abrillantadores, por ejemplo, ácidos 4:4'-ditriazinil-aminoestilbena-2:2'-disulfónicos sustituidos, con el fin de incrementar el efecto abrillantador sobre determinados materiales textiles, por ejemplo, algodón y lana, cuando se tratan mezclas de materiales textiles.
25. Los derivados del pireno pueden emplearse también para la coloración en masa de los materiales poliméricos mediante procedimientos convencionales. Por ejemplo, se mezcla el derivado del pireno con el material polimérico en polvo ó granza, el cual se conforma entonces, por ejemplo,
- 30.



mediante hilatura, en forma fundida ó plastificada. En los casos en los que el material polimérico, por ejemplo, viscosa, se hila a partir de una solución acuosa, los derivados del pireno pueden dispersarse en la solución acuosa con anterioridad al hilado.

5.

Los derivados del pireno preferidos para su utilización como agentes abrillantadores son aquellos en los que A representa un grupo  $CO_2R$  y R representa un grupo cianoalquilo; especialmente cianometilo, puesto que estos compuestos muestran un nivel más elevado de efecto blanqueador en el tereftalato de polietileno y la solidez a la luz es particularmente buena. Estos derivados del pireno en los que R representa un grupo cianoalquilo constituyen nuevas composiciones de materia y forman una característica más de la invención.

10.

15.

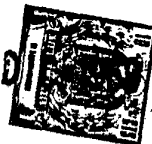
Estos ésteres cianoalquílicos pueden prepararse por reacción de una sal, tal como la sal sódica, del correspondiente ácido carboxílico (el derivado del pireno en el que A es un grupo  $CO_2H$ ) con un cianuro de cloroalquilo. Este proceso se lleva convenientemente a cabo en un disolvente tal como tolueno hirviendo en presencia de un agente aceptor de ácido como es la trietilamina.

20.

Como ejemplos de otros grupos que pueden representarse por A en los derivados del pireno usados en la invención, se mencionan los grupos  $CO_2R$  ó  $CO_2SR$  en los que R es un grupo alquilo tal como metilo, etilo, propilo, isopropilo ó sec-butilo, un grupo alquilo sustituido tal como 2-cloroetilo, 2-hidroxi etilo, 2-metoxietilo, 2-acetoxietilo, un grupo alqueno tal como un grupo alilo, crotonilo ó metilalilo, un grupo cicloalquilo tal como ciclohexilo, un gru-

25.

30.



po arilo tal como un grupo fenilo, p-clorofenilo ó p-metil fenilo, un grupo aralquilo tal como bencilo ó  $\beta$ -feniletilo, ó un grupo arilalquenilo tal como cinamilo.

5. Como ejemplos de grupos que pueden representarse por X é Y en los derivados del pireno usados en la invención, se mencionan los átomos de halógeno tales como bromo y especialmente cloro, y grupos alquilo tales como metilo.

10. Como ejemplos de derivados del pireno usados en la invención, se mencionan: pireno-1-carboxilato de metilo, pireno-1,6-dicarboxilato de dimetilo, pireno-1-carboxilato de alilo, pireno-1-carboxilato de cinamilo, pireno-1-carboxilato de cianometilo, 1-cianopireno, 1,6-dicianopireno ó pireno-1-tiocarboxilato de etilo.

15. Los derivados del pireno pueden prepararse, por ejemplo, a partir de los correspondientes ácidos pireno-carboxílicos mediante métodos convencionales, por ejemplo, por conversión en los cloruros de ácidos los cuales se esterifican entonces mediante el compuesto alcohólico apropiado.

20. Los ácidos pireno-carboxílicos pueden obtenerse por oxidación de los correspondientes acetilpirenos ó por reacción de dióxido de carbono con el correspondiente derivado sódico del pireno. Otro procedimiento conveniente consiste en hacer reaccionar el pireno con cloruro de feniletilcarbamoilo

25. en presencia de un catalizador de Friedel-Crafts, seguido por hidrólisis de la anilida obtenida.

30. Los derivados del pireno usados en la invención proporcionan unos efectos abrillantadores sobre fibras artificiales y sintéticas que muestran un alto grado de solidez a la luz; son particularmente buenos los efectos abrillanta



dores conseguidos especialmente con los ésteres de metilo y cianometilo sobre tereftalato de polietileno con elevada solidez a la luz.

5. A continuación, la invención se ilustra, pero no se limita, mediante los siguientes ejemplos, en los cuales las partes y porcentajes se indican en peso, a menos que se diga lo contrario.

EJEMPLO 1.

10. Se agitaron y calentaron a 95-100°C, 24,6 partes de ácido pireno-1-carboxílico y 250 partes de tolueno, y se añadieron, porción a porción, 13,3 partes de cloruro de tiónilo durante 1/2 hora, agitándose y calentándose seguidamente la mezcla a 100°C hasta el cese del desprendimiento de ácido clorhídrico. La mezcla se enfrió entonces y se añadieron 100 partes de alcohol metílico, calentándose la mezcla a ebullición durante 1 hora y eliminándose los disolventes por destilación por arrastre con vapor de agua. El sólido oleoso residual se agitó y se enfrió con lo cual solidificó, aislándose por filtración, lavándose con agua y secándose. Se obtuvo pireno-1-carboxilato de metilo, que fundía a 72-74°C, el cual se pudo purificar adicionalmente por recristalización en metanol para rendir agujas amarillas que fundían a 81-82°C.

25. Encontrado: C, 82,8 y H, 4,4 %;  $C_{18}H_{12}O_2$  requiere:  
C, 83,1 y H, 4,6 %.

EJEMPLO 2.

30. Usando las mismas cantidades descritas en el ejemplo 1, excepto que se utilizó alcohol etílico en lugar de alcohol metílico, se obtuvieron 25 partes de pireno-1-carboxilato de etilo que fundía a 58-59°C. Este pudo purificarse

374403<sup>100</sup>



por recristalización en alcohol etílico para dar agujas amarillas que fundían a 62-63°C.

EJEMPLO 3.

5. Se mezclaron y calentaron a 95-100°C, 6,0 partes de la sal sódica del ácido pireno-1-carboxílico, 3,2 partes de  $\beta$ -cloroacetonitrilo, 4,2 partes de trietilamina y 75 partes de tolueno, agitándose a ésta temperatura durante 5 horas. Se decantó entonces la capa de tolueno de la capa bituminosa y se diluyó con éter de petróleo. El sólido precipitado se aisló por filtración, se lavó con gasolina y se secó para dar pireno-1-carboxilato de cianometilo el cual fundía a 140-143°C. La recristalización en alcohol etílico proporcionó un material que fundía a 146-147°C.
- 10.

15. Encontrado: C, 79,8 H, 3,6 y N, 5,1 %;  $C_{19}H_{11}NO_2$  requiere: C, 80,0 H, 3,8 y N, 4,9 %.

EJEMPLO 4.

20. En forma análoga al procedimiento descrito en el ejemplo 3, se hicieron reaccionar conjuntamente, en 50 partes de tolueno, 6,0 partes de la sal sódica del ácido pireno-1-carboxílico, 3,1 partes de trietilamina y 4,6 partes del éster  $\beta$ -metoxietílico del ácido monocloroacético, para dar carboxilato de  $\beta$ -metoxietoxicarbonilmetilo que fundía a 77-78°C.

EJEMPLO 5.

25. Mediante el procedimiento del ejemplo 3, pero empleando 4,0 partes del éster etílico del ácido monocloroacético, se obtuvo el éster etoxicarbonilmetílico del ácido pireno-1-carboxílico que fundía a 94-96°C. La recristalización en alcohol etílico elevó el p.f. a 96-97°C.

374403



EJEMPLO 6.

5. Se mezclaron y calentaron a 100°C, hasta que cesó el desprendimiento de gases ácidos, 5,84 partes de ácido pireno-1,6-dicarboxílico, 5,2 partes de cloruro de tionilo y 100 partes de tolueno, y la solución resultante de cloruro del ácido pireno-1,6-dicarboxílico se añadió a 100 partes de alcohol metílico, calentándose la mezcla a 65°C durante 2 horas. El producto que precipitó tras enfriamiento se aisló por filtración, se lavó con metanol y se secó para dar
10. pireno-1,6-dicarboxilato de dimetilo como un sólido amarillo que fundía a 188°C. La recrystalización en tolueno rindió un material que fundía a 200°C.

Encontrado: C, 75,3 y H, 4,5 %;  $C_{20}H_{14}O_4$  requiere:  
C, 75,5 y H, 4,4 %.

15. EJEMPLO 7.

20. Se mezclaron y calentaron a 45°C durante 6 horas, 17,7 partes de isómeros mezclados del ácido pireno-1,6- y pireno-1,8-dicarboxílico, 16,8 partes de trietilamina, 12 partes de p-cloroacetónitrilo y 400 partes de tolueno. La solución de tolueno se decantó entonces de la capa oleosa y se diluyó con éter de petróleo (80-100°C). El sólido amarillo precipitado se aisló por filtración, se lavó con gasolina y se secó. Se obtuvieron los pireno-1,6- y pireno-1,8-carboxilatos de biscianometilo mezclados los cuales,
25. fundían a 223-227°C.

Encontrado: C, 70,7, H, 3,2 y N, 7,4 %;  $C_{22}H_{12}O_4N_2$  requiere: C, 71,7, H, 3,3 y N, 7,6 %.

EJEMPLO 8.

30. Se preparó una dispersión por molienda con grava de 1 parte de pireno-1-carboxilato de metilo en una solución



de 1 parte de un alquilnaftaleno sulfonado (6 un condensado de alcohol graso-óxido de etileno) en 100 partes de agua hasta que el tamaño de partículas se redujo a  $< 5 \mu$ . Se añadieron 10 partes de esta dispersión a un baño que contenía 400 partes de agua y 10 partes de fibra de tereftalato de polietileno y se calentó todo a 90-95°C durante 30 minutos y se mantuvo a esta temperatura durante 30 minutos. Después de enjuagar y secar, la fibra resultó mucho más blanca y brillante en apariencia que el tejido sin tratar.

10. Los tejidos de nylon, poliacrilonitrilo y triacetato de celulosa son similarmente mejorados en blancura después del tratamiento con el mismo compuesto fluorescente.

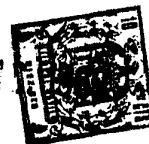
EJEMPLO 9.

15. Se dispersó 1 parte del éster biscianometílico del ácido pireno-1,6- y pireno-1,8-dicarboxílico en 100 partes de agua que contenía 1 parte de un agente dispersante aniónico (un alquilnaftaleno sulfonado) hasta que el tamaño de partícula fuera menor de  $5 \mu$ . Se añadieron 10 partes de esta dispersión y 10 partes de tejido de tereftalato de polietileno a 400 partes de agua y el conjunto se calentó a 130°C y se sometió en una máquina de teñido a presión a una presión de 11,25 kg. Después de enjuagar con agua y secar, el tejido era mucho más brillante en apariencia que el tejido no tratado. Los tejidos de nylon, poliacrilonitrilo y acetato de celulosa se mejoraron similarmente en apariencia cuando se trataron del mismo modo.

EJEMPLO 10.

30. Se agitaron y calentaron a 95°C, 12,3 partes de ácido pireno-1-carboxílico y 200 partes de tolueno y se añadieron en porciones, durante 1/2 horas, 6,7 partes de cloru

374403<sup>1003</sup>



- ro de tionilo, agitándose y calentándose la mezcla a 100-110°C hasta el cese completo del despreñamiento de ácido clorhídrico. El exceso de cloruro de tionilo se eliminó por destilación azeotrópica de 100 partes de tolueno y la
5. mezcla residual se añadió a una solución de 100 partes de alcohol alílico que contenía 2,2 partes de hidróxido sódico en polvo durante 10 minutos a 20°C, calentándose entonces la mezcla a 70°C y manteniéndose a ésta temperatura durante 1 hora. El tolueno se eliminó por evaporación y el
10. material oleoso residual se trituró con alcohol acuoso tras lo cual se obtuvieron 11 partes de cristales amarillos de pireno-l-carboxilato de alilo que fundía a 65-67°C.

Encontrado: C, 83,6 y H, 4,9 %;  $C_{20}H_{14}O_2$  requiere:  
C, 83,9 y H, 4,9 %.

15. EJEMPLO 11.

Empleando las mismas condiciones que las descritas en el ejemplo 10 y sustituyendo el alcohol alílico por el alcohol crotilico, se obtuvieron 10 partes de pireno-l-carboxilato de crotilo que fundía a 57-58°C.

20. Encontrado: C 83,4 y H, 5,3 %;  $C_{21}H_{16}O_2$  requiere:  
C 84,0 y H, 5,5 %.

EJEMPLO 12.

- Se mezclaron y calentaron gradualmente durante 1 hora a 300°C, 23,6 partes de l-cloropireno y 10 partes de
25. cianuro cuproso, a partir de lo cual la masa fundida se hizo agitable. La agitación y calentamiento se continuaron a 340°C durante 1 hora, se enfrió la masa coloreada de oscuro, se extractó con 4 porciones sucesivas de 50 partes de ácido acético hirviendo y los extractos de ácido acético
30. combinados se vertieron en agua y el l-cianopireno en bruto

374403



precipitado se aisló por filtración y se secó para dar 5,5 partes que fundían a 149-152°C. La recristalización en gasolina de 100-120°C proporcionó cristales amarillos que fundían a 152°C.

5. Encontrado: C, 89,6, H, 3,9 y N, 5,9 %;  $C_{17}H_9N$  requiere: C, 90,0, H, 3,97 y N, 6,1 %.

EJEMPLO 13.

10. Se agitaron conjuntamente 8,7 partes de ácido pireno-1,6-dicarboxílico, 10,9 partes de p-toluenosulfonamida y 26,2 partes de pentacloruro de fósforo. La mezcla se calentó a 80°C y se mantuvo a esta temperatura hasta que los reactivos formaron una solución. La temperatura se elevó, permitiendo simultáneamente la destilación del pentacloruro de fósforo hasta que se alcanzaron los 200°C y se mantuvo a esta temperatura hasta que no se recuperó ningún oxiclорuro de fósforo más. La mezcla se enfrió y se añadieron cuidadosamente 24 partes de piridina seguido de 110 partes de agua y el sólido amarillo precipitado se aisló por filtración, se extractó con una solución diluida de hidróxido sódico para eliminar el ácido pireno-carboxílico no reaccionado y el sólido residual se secó y recristalizó primero en ácido acético glacial y luego en monoclorobenceno para rendir 1,6-dicianopireno que fundía a 290-292°C.

15. Encontrado: C, 83,9, H, 2,9 y N, 11,1 %;  $C_{18}H_8N_2$  requiere: C, 85,7 H, 3,18 y N, 11,1 %.

EJEMPLO 14.

20. Se convirtieron 4,92 partes de ácido pireno-1-carboxílico en el derivado de cloruro de ácido en una solución en tolueno como se ha descrito en los ejemplos anteriores, y se añadió a 30 partes de etilmercaptan y 1,2 partes de hi-

30.



- dróxido sódico en polvo a 10-15°C y se agitó durante 2 horas a esta temperatura y a continuación se calentó a 70°C dejando que destilara el exceso de etilmercaptan. Los residuos de tolueno se evaporaron hasta sequedad en un baño de vapor de agua y el material oleoso resultante se recristalizó en una mezcla de 50 partes de alcohol etílico y 5 partes de agua. El aceite amarillo precipitado endureció gradualmente y se aisló eventualmente por filtración y se secó para dar 3,2 partes de pireno-1-tiocarboxilato de etilo que fundía a 59-61°C y el cual dió una tonalidad verde de fluorescencia en disolventes orgánicos.

5.  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
10.

Encontrado: C, 77,9, H, 4,6 y S, 10,7 %;  $C_{19}H_{14}OS$   
 requiere: C, 78,5, H, 4,8 y S, 11,0 %.

EJEMPLO 15.

15. La repetición del ejemplo 14 pero empleando fenilmercaptan en lugar de etilmercaptan dió pireno-1-tiocarboxilato de fenilo, el cual se recristalizó en alcohol etílico para dar un producto amarillo cristalino que fundía a 148°C.

Encontrado: C, 81,3, H, 4,1 y S, 9,5 %;  $C_{23}H_{14}OS$   
 requiere: C, 81,5, H, 4,1 y S, 9,5 %.

20.

EJEMPLO 16.

- Se añadió una solución en tolueno de cloruro de ácido pireno-1-carboxílico, preparado a partir de 4,92 partes de ácido pireno-1-carboxílico, a 25 partes de 1-fenilprop-1-en-3-ol y 1,2 partes de hidróxido sódico y la mezcla se calentó a 70°C, manteniéndose a esta temperatura durante 2 horas. Después de la evaporación en un baño de vapor de agua, el sólido oleoso residual se espesó con alcohol acuoso, se filtró y se recristalizó en alcohol para dar 2,7 partes de pireno-1-carboxilato de 1-fenilprop-1-en-3-ilo que

25.  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
30.

fundía a 86-88°C.

374403

10



Encontrado: C, 85,3 y H, 5,1 %;  $C_{26}H_{18}O_2$  requiere  
C, 86 y H, 5,0 %.

EJEMPLO 17.

5. Se repitió el procedimiento del ejemplo 8 usando los derivados del pireno preparados como se ha descrito en los ejemplos 2, 3, 4, 5, 6, 10, 11, 12 y 13. El tejido de tereftalato de polietileno obtenido resultó más blanco y brillante en apariencia que un tejido de tereftalato de polietileno sin tratar.

N O T A

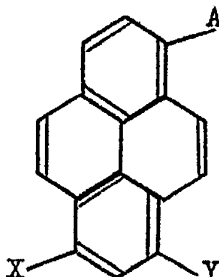
15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental; también se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Inglaterra, con fecha 10 de diciembre de 1968, número 58662/68, 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 preparación de composiciones poliméricas-abrillantadoras, caracterizándose por lo siguiente:

25.

1.- Procedimiento para la preparación de composiciones poliméricas abrillantadoras, caracterizado porque comprende tratar una composición polimérica con una disper-



sión ó suspensión acuosa de un derivado del pireno de fórmula:



10. en la que A es un grupo ciano ó un grupo de la fórmula  $CO_2R$  ó  $COSR$  en donde R es un átomo de hidrógeno ó un grupo alquilo, alquenilo, cicloalquilo, arilo, aralquilo ó heterocíclico ó un derivado sustituido de los mismos, y X ó Y son cada uno un átomo de hidrógeno ó de halógeno ó un grupo alquilo ó un grupo de fórmula A, excepto que X ó Y no deberán ser al mismo tiempo grupos de fórmula A.
- 15.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la composición polimérica a tratar es una poliamida.

20. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la composición polimérica a tratar es un poliéster.

4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque a la dispersión se añade un agente dispersante.

25. 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la dispersión es neutra ó ligeramente alcalina.

30. 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la dispersión es sustancialmente neutra y contiene un tinte dispersado.

374403

10 DIC



7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la dispersión contiene un agente abrillantador.

5. 8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la dispersión contiene un jabón ó detergente.

9.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la suspensión acuosa se aplica por imprimación y la composición polimérica impregnada se calienta a una temperatura comprendida entre 150 y 200°C durante un corto período.

10. 10.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la mezcla del derivado del pireno y el material polimérico se conforma en forma fundida ó plastificada.

15. 11.- Procedimiento para la preparación de composiciones poliméricas abrillantadoras; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid, 10 DIC. 1969

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GOMEZ ACEBO Y MOLLI  
p. n. Firmador: F. Hernández Bala

