

405652



405652

P.- 51.476

Hoe 71/F 211

Int. Cl. C07D, C11D

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

A nombre de FARBERWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT
VORMALS MEISTER LUCIUS & BRUNING

entidad alemana

con domicilio en Frankfurt/Main, República Federal
Alemana.

por: "PROCEDIMIENTO PARA EL ACLARADO OPTICO DE MATE-
RIALES ORGANICOS"

(Clase Internacional C07d)

405652

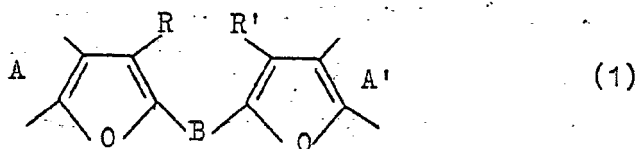
- 8 AGO 1972



Ya es sabido preparar 2,5-bis- $\overline{\text{benzofur}}$ anil-(2) $\overline{7}$ -1,3,4-oxadiazoles (véase DOS 2.031.774). Es sabido además utilizar estos compuestos como agentes aclaradores ópticos para materiales orgánicos.

5 El presente invento concierne a derivados de benzofurano, que están débilmente coloreados de amarillo y que en solución fluorescen con color azul violáceo hasta azul verdoso y corresponden a la fórmula (1)

10



15

en la cual

A y A' significan sistemas de anillos aromáticos mononucleares o polinucleares, que están condensados con dos átomos de carbono contiguos, del modo indicado, con el núcleo de furano;

20

R y R' significan átomos de hidrógeno y de halógeno, grupos alcohilo inferior, grupos fenilo eventualmente sustituidos por grupos alcohilo inferior, alcoxil inferior o átomos de halógeno así como grupos carboxi

25

11-7-72

405652

-8



o sulfo eventualmente modificados funcionalmente, tales como grupos de éster alcohólico inferior, amida, monoalcohilamida inferior y dialcohilamida inferior;

5 B significa un enlace directo o una cadena enteramente conjugada de átomos de carbono, que puede ser total o parcialmente componente de sistemas de anillos carbocíclicos o heterocíclicos y se encuentra en conjugación con los dobles enlaces colindantes de los dos anillos de furano.

10 Con el sistema de anillo aromático A o A' pueden estar unidos sustituyentes no cromóforos, a saber grupos alcohilo, alquenilo, alcoxi, arilo, grupos carboxi o sulfo eventualmente modificados, grupos acilo, acilamino o sulfonilo, así como átomos de halógeno. De los grupos citados pueden estar unidos con A o con A' también
15 simultáneamente varios de ellos, que sean iguales o diferentes entre sí. Tanto A y A' como también R y R' pueden ser iguales o diferentes.

20 En las definiciones indicadas para A y A' así como para R y R' se han de entender como un grupo carboxi modificado funcionalmente, en primer lugar, las sales de éste con cationes incoloros, prefiriéndose los iones de metal alcalino o de amonio, y además los derivados funcionales de un grupo carboxi, de cuyo átomo de
25 carbono parten tres enlaces hacia heteroátomos, especial-

405652



5 mente el grupo ciano, un grupo de éster de ácido carboxí-
lico o un grupo de amida de ácido carboxílico. Como gru-
pos de éster de ácido carboxílico se han de entender es-
pecialmente los que poseen la fórmula general COOR^1 , en
la cual R^1 representa un radical fenilo o un grupo alco-
hilo inferior eventualmente ramificado, pudiendo contener
estos radicales otros sustituyentes, tales como un grupo
dialcoholamino, trialcoholamino o alcoxi preferiblemente
de bajo peso molecular. Como un grupo de amida de ácido
10 carboxílico se ha de entender especialmente uno con la
fórmula CONR^2R^3 , en la cual los radicales R^2 y R^3 signi-
fican átomos de hidrógeno o grupos alcoholo inferiores
eventualmente sustituidos, que también, conjuntamente con
el átomo de nitrógeno, pueden formar un anillo hidroaro-
mático, y además hidrazidas de ácido y los tioderivados
15 análogos.

Como un grupo sulfo funcionalmente modifi-
cado - por analogía a lo dicho precedentemente - se han
de entender las sales con cationes incoloros, preferible-
mente iones de metal alcalino o de amonio, y además los
20 derivados en los cuales el grupo SO_2 está unido con un
heteroátomo, tal como en el grupo de éster de ácido sul-
fónico y en el grupo sulfonamido. Como grupo de éster de
ácido sulfónico se ha de entender especialmente uno con
25 la fórmula SO_2OR^1 , en la que R^1 tiene los significados

11-7-72

405652

-8



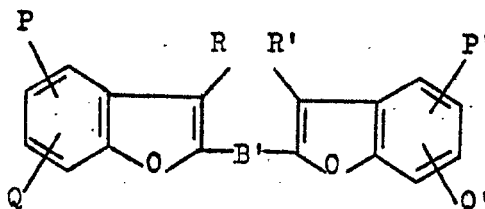
arriba indicados, y como grupo amida de ácido sulfónico se ha de entender uno con la fórmula $SO_2NR^2R^3$, en la cual R^2 y R^3 tienen los significados precedentemente indicados.

5 Como un grupo acilo se ha de entender especialmente uno con la fórmula COR^4 , en la cual R^4 representa un radical alcoholo preferiblemente inferior o un radical fenilo, eventualmente sustituido.

10 Como radical sulfonilo se ha de entender especialmente uno que tenga la fórmula SO_2R^5 , en la cual R^5 representa un grupo alcoholo inferior o fenilo eventualmente sustituido, pudiendo contener estos grupos en calidad de sustituyentes de modo preferente un grupo dialcoholamino inferior, trialcoholamino inferior, acilamino inferior o sulfo.

15 Entre los compuestos de la fórmula general (1) tienen interés especialmente aquellos que corresponden a la fórmula general (2)

20



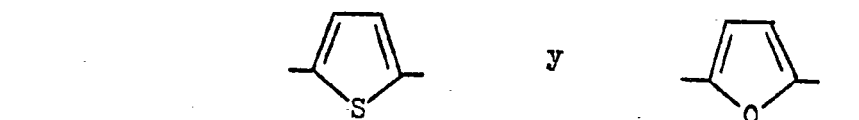
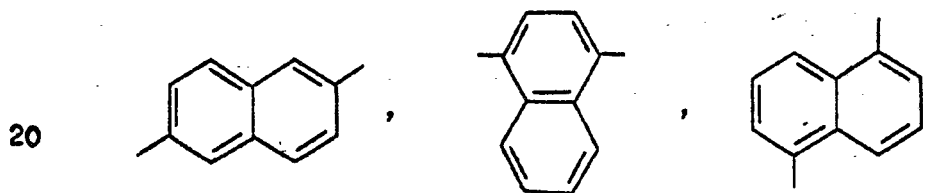
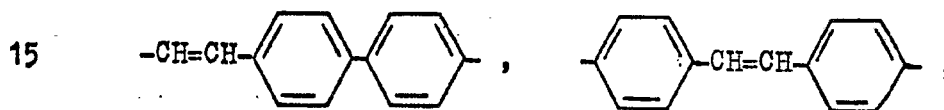
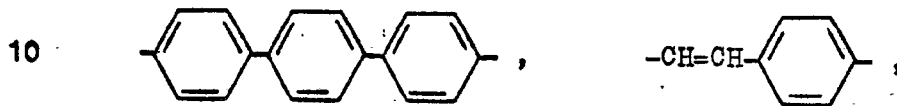
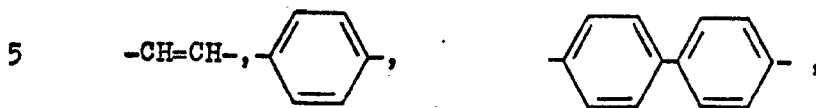
(2)

25

11-7-72



en la que B' significa un enlace directo o uno de los grupos seguidamente indicados:



405652



R y R' , independientemente entre sí, significan átomos de hidrógeno, grupos alcoholo inferior, sulfo, sulfonamido, monoalcoholamido y dialcoholamido con 1 a 4 átomos de carbono o el grupo fenilo;

5

P y Q, así como

P' y Q' , independientemente entre sí, significan átomos de hidrógeno o de halógeno, grupos alcoholo inferior, alcoxi inferior o fenilo, grupos carboxi o sulfo eventualmente modificados funcionalmente, y P y Q así como P' y Q' significan conjuntamente un grupo alcoholeno inferior o un núcleo bencénico adyacentemente condensado.

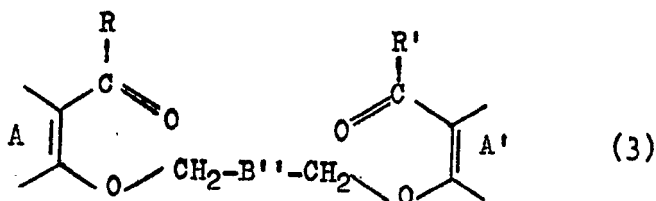
10

Los compuestos de acuerdo con el invento pueden ser preparados de diferentes modos.

15

Modos de procedimiento preferidos son los modos de procedimiento I a IV que se especifican en lo que sigue. Estos están caracterizados porque en el modo de procedimiento I se condensan intramolecularmente compuestos de la fórmula general (3)

20



25

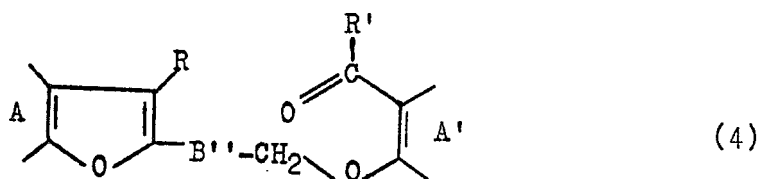
11-7-72

405652



con la limitación de que B'' en el modo de procedimiento I debe significar un radical difenilo; porque en el modo de procedimiento II se condensan intramolecularmente compuestos de la fórmula general (4)

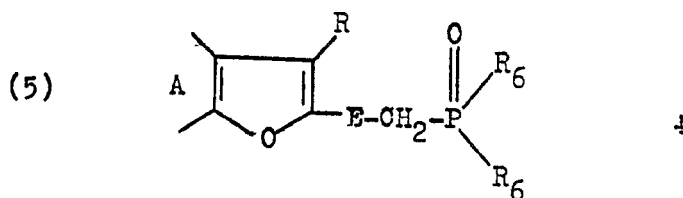
5



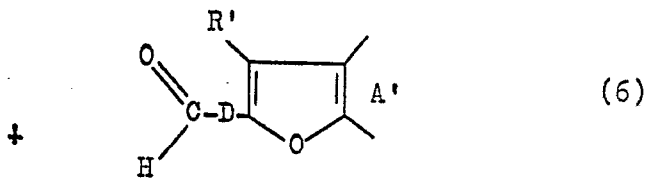
10

porque en el modo de procedimiento III se condensan intermolecularmente compuestos de las fórmulas generales (5) y (6)

15



20



25

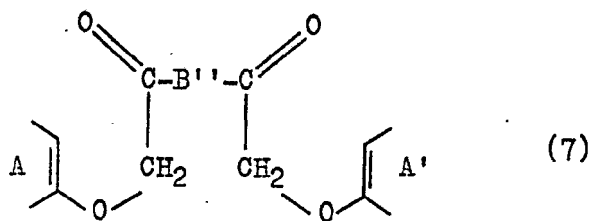
11-7-72

405652



y porque en el modo de procedimiento IV se condensan intramolecularmente compuestos de la fórmula general (7)

5

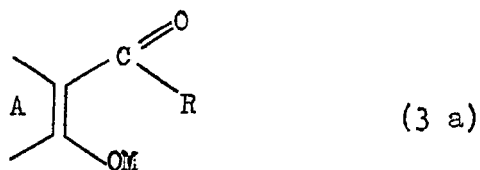


10

desplazándose, en el modo de procedimiento últimamente citado, el radical B'' a la posición 2 de los anillos furano resultantes.

La preparación de los compuestos de las fórmulas generales (3) y (4) se efectúa mediante reacción de los compuestos de la fórmula general (3a)

20



25

en que A puede ser igual a A' y R puede ser igual a R', y éstos tienen los significados arriba citados y M significa un catión de metal alcalino o alcalino-térreo, con

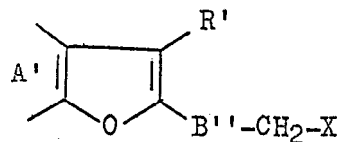
11-7-72

405652



compuestos de la fórmula (3b)

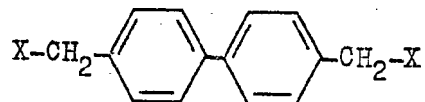
5



(3 b)

en que A' puede ser igual a A y R' puede ser igual a R
 y éstos tienen los significados arriba citados, así como
 10 B'' posee el significado arriba citado y X significa el
 anión de un ácido inorgánico, preferiblemente un ácido
 halohídrico, o por reacción de los compuestos de la fór-
 mula (3a) con compuestos de la fórmula (3c)

15



(3 c)

20

en que X tiene los significados arriba citados. Compues-
 tos de partida para este procedimiento pueden ser, por
 ejemplo, los siguientes compuestos: Las sales de metal
 alcalino o de metal alcalino-térreo de los compuestos:

25

11-7-72

405652



Aldehido salicílico, aldehido 5-cloro-salicílico, aldehido 3,5-dicloro-salicílico, aldehido 3-bromo-salicílico, aldehido 4-bromo-salicílico, aldehido 5-bromo-salicílico, aldehido 3,5-dibromo-salicílico, aldehido 3-fluor-salicílico, aldehido 3-cloro-salicílico, aldehido 6-metil-salicílico, aldehido 5-cloro-6-metil-salicílico, aldehido 3-metil-salicílico, aldehido 5-metil-salicílico, aldehido-4-metil-salicílico, aldehido 5-cloro-4-metil-salicílico, aldehido 6-etil-salicílico, aldehido 3-etil-salicílico, aldehido 5-etil-salicílico, aldehido 4-etil-salicílico, aldehido 3,5-dimetil-salicílico, aldehido 4,5-dimetil-salicílico, aldehido 3-fenil-salicílico, aldehido 5-fenil-salicílico, 5-flúor-2-hidroxi-acetofenona, 4-metoxi-2-hidroxi-acetofenona, 5-metoxi-2-hidroxi-acetofenona, 3-cloro-2-hidroxi-acetofenona, 5-cloro-2-hidroxi-acetofenona, 3,5-dicloro-2-hidroxi-acetofenona, 5-bromo-2-hidroxi-acetofenona, 3,5-dibromo-2-hidroxi-acetofenona, 3-metil-2-hidroxi-acetofenona, 5-cloro-3-metil-2-hidroxi-acetofenona, 5-metil-2-hidroxi-acetofenona, 3-cloro-5-metil-2-hidroxi-acetofenona, 3-bromo-5-metil-2-hidroxi-acetofenona, 4-metil-2-hidroxi-acetofenona, 5-metoxi-2-hidroxi-acetofenona, 5-etoxi-2-hidroxi-acetofenona, 5-fluor-2-hidroxi-propiofenona, 5-cloro-2-hidroxi-propiofenona, 3,5-dicloro-2-hidroxi-propiofenona, 5-bromo-2-hidroxi-propiofenona, 3,5-dibromo-2-hidroxi-propiofenona, 3,5-

11-7-72

405652

- 8 AG



5 -dicloro-2-hidroxi-benzofenona, 3,5-dibromo-2-hidroxi-
-benzofenona, 5-metil-2-hidroxi-benzofenona, 3-bromo-5-
-metil-2-hidroxi-benzofenona, 2,4,6-trimetil-2-hidroxi-
-benzofenona, 2',5,6-trimetil-2-hidroxi-benzofenona, 2-
-hidroxi-1-naftaldehido, 4-cloro-2-hidroxi-1-naftaldehi
do, 1-hidroxi-2-naftaldehido, 3-hidroxi-2-naftaldehido y
metil-(2-hidroxi-naftil-(1))-cetona.

En calidad de compuestos de la fórmula (3b)
pueden citarse los siguientes compuestos:

10

2-bromometil-benzofurano, 2-bromometil-4,5-
-benzo-benzofurano, 2-bromometil-5,6-benzo-benzofurano,
2-clorometil-6,7-benzo-benzofurano, 2-bromometil-6-bromo-
-benzofurano, 2-bromometil-6-ciano-benzofurano, 2-bromo-
15 metil-6-metoxi-benzofurano, 1-bromometil-4- $\overline{\text{benzofuril-}}$
-(2) $\overline{\text{7}}$ -benceno, 1-bromometil-4- $\overline{\text{3-bromo-benzofuril-}}$ (2) $\overline{\text{7}}$ -
-benceno, 1-bromometil-4- $\overline{\text{3-ciano-benzofuril-}}$ (2) $\overline{\text{7}}$ -bence-
no, 1-bromometil-4- $\overline{\text{6-bromo-benzofuril-}}$ (2) $\overline{\text{7}}$ -benceno,
1-bromometil-4- $\overline{\text{6-ciano-benzofuril-}}$ (2) $\overline{\text{7}}$ -benceno, 1-bromo-
20 metil-4- $\overline{\text{6-metoxi-benzofuril-}}$ (2) $\overline{\text{7}}$ -benceno, 1-bromometil-
-4- $\overline{\text{benzofuril-}}$ (2) $\overline{\text{7}}$ -naftaleno, 1-bromometil-4- $\overline{\text{6-ciano-}}$
-benzofuril-(2) $\overline{\text{7}}$ -naftaleno, 1-bromometil-4- $\overline{\text{6-metoxi-}}$
-benzofuril-(2) $\overline{\text{7}}$ -naftaleno, 2-bromometil-5- $\overline{\text{benzofuril-}}$
-(2) $\overline{\text{7}}$ -tiofeno, 2-bromometil-5- $\overline{\text{6-ciano-benzofuril-}}$ (2) $\overline{\text{7}}$ -
25 -tiofeno, 2-bromometil-5- $\overline{\text{6-metoxi-benzofuril-}}$ (2) $\overline{\text{7}}$ -tio-

11-7-72

405652

-8



feno, 2-bromometil-5-[benzofuril-(2)]-furano, 2-bromometil-5-[5-carbometoxi-benzofuril-(2)]-furano, 2-bromometil-5-[6-ciano-benzofuril-(2)]-furano, 2-bromometil-5-[6-metoxi-benzofuril-(2)]-furano.

5 En las fórmulas (3), (4), (5), (6) y (7) A, A', R, R' y B poseen los significados indicados en el caso de la fórmula general (I). B' significa una cadena enteramente conjugada de átomos de carbono, que puede ser total o parcialmente componente de sistemas de anillo carbocíclicos o heterocíclicos, siendo tal la posición de los dobles enlaces conjugados en B' que después de haber tenido lugar el cierre de anillo existe conjugación con los dobles enlaces colindantes de los núcleos de furano.

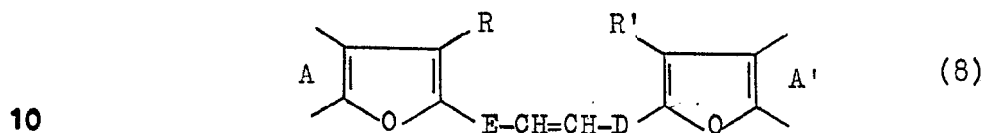
10 En la fórmula (5), R⁶ representa radicales alcoholo, cicloalcoholo, cicloalcoholo, aralcoholo o anillo iguales o diferentes, eventualmente unidos con el átomo de fósforo a través de un átomo de oxígeno. Dado que los radicales R⁶ no aparecen en el producto final, su naturaleza química no es crítica en relación con el producto del procedimiento.

15 En las fórmulas generales (5) y (6) D y E, que pueden ser iguales o diferentes, significan un enlace directo o una cadena enteramente conjugada de átomos de carbono, que puede ser total o parcialmente componente

25 11-7-72

de sistemas de anillos carbocíclicos o heterocíclicos y se encuentra en conjugación con los dobles enlaces colindantes de los núcleos de furano.

5 Los compuestos, obtenidos de acuerdo con el modo procedimiento III, de la fórmula general



15 contienen por consiguiente un componente central $-E-CH=CH-D-$ que posee el significado de B, con la condición de que B contenga al menos un doble enlace olefínico.

20 Las condensaciones intramoleculares de acuerdo con los modos de procedimiento I y II se realizan en presencia de disolventes orgánicos fuertemente polares y de agentes de condensación fuertemente básicos.

25 Como ejemplos, sin que con ello se efectúe una limitación, se pueden citar los siguientes disolventes: dimetilformamida, dimetilacetamida y hexametiltriamida de ácido fosfórico. También se pueden utilizar mezclas de disolventes apropiados.

405652

- 8 AGO 1972



5 En calidad de agentes de condensación fuertemente básicos entran en consideración, entre otros, metales alcalinos, metales alcalino-térreos, compuestos fuertemente básicos de estos metales, así como compuestos de aluminio fuertemente básicos, por ejemplo hidróxidos, alcoholatos, amidas o hidruros. Preferiblemente, se utilizan los correspondientes compuestos de sodio o potasio, por ejemplo hidróxido de potasio, ter-butolato de potasio o hidróxido de sodio. También puede utilizarse una mezcla
10 de diferentes bases. Los agentes de condensación básicos son empleados la mayor parte de las veces en la cantidad equivalente, pero también en algunos casos en exceso, por ejemplo en una cantidad hasta 10 veces mayor que la equivalente.

15 La temperatura de reacción se encuentra entre aproximadamente 10 y aproximadamente 250°C, preferiblemente entre 20 y aproximadamente 160°C. De modo ventajoso se trabaja con exclusión de oxígeno del aire. La reacción de cierre de anillo se puede llevar a cabo también en una masa fundida de álcali, por ejemplo en una
20 masa fundida de NaOH, LiOH ó KOH.

25 El modo de procedimiento III se lleva a cabo ventajosamente en disolventes inertes, por ejemplo hidrocarburos, tales como tolueno o xileno, o alcoholes, tales como metanol, etanol, isopropanol, butanol, glicol,



5 éteres de glicol tales como 2-metoxietanol, hexanol, ciclohexanol, ciclooctanol, y además en éteres, tales como éter diisopropílico, dioxano, tetrahidrofurano, además en formamidas y en N-metilpirrolidona. Son especialmente apropiados disolventes orgánicos dipolares, tales como dimetilformamida y dimetilsulfóxido.

10 En calidad de agentes de condensación entran en consideración compuestos fuertemente básicos, tales como por ejemplo hidróxidos de metal alcalino o alcalino-térreo, alcoholatos de metal alcalino o alcalino-térreo, amidas de metal alcalino o alcalino-térreo, preferiblemente hidróxido de potasio, hidróxido de sodio, *tert*-butilato de potasio o metilato de sodio, y además los compuestos de metal alcalino de dimetilsulfóxido e hidruros de metal alcalino.

15 La temperatura de reacción, dependiendo de la clase de los materiales de partida, se encuentra entre aproximadamente 0 y aproximadamente 100°C, preferiblemente entre aproximadamente 10 y aproximadamente 80°C.

20 El modo de procedimiento IV se lleva a cabo ventajosamente en presencia de agentes de condensación ácidos, preferiblemente ácido polifosfórico. La temperatura de reacción, dependiendo de la clase de los materiales de partida, se encuentra entre aproximadamente 50°C y aproximadamente 230°C, y de modo preferible entre apro-

405652

-8

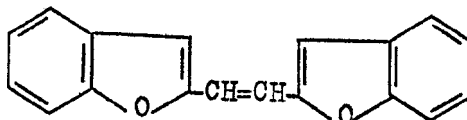
AGO



ximadamente 80°C y aproximadamente 180°C.

En los productos de reacción de los prece-
dentes modos de procedimiento se pueden efectuar además,
naturalmente, otras modificaciones de por sí conocidas,
tales como por ejemplo sulfonaciones con agentes sulfo-
nantes, tales como por ejemplo H₂SO₄, mezclas de H₂SO₄ y
SO₃ o ácido clorosulfónico, y además las modificaciones
que, partiendo por ejemplo de moléculas que contienen
grupos sulfo o carboxi, conducen a compuestos con grupos
sulfo o carboxi funcionalmente modificados, o las trans-
formaciones de dichos grupos en otros grupos de esta cla-
se o en los ácidos libres.

Empleando los compuestos descritos por las
fórmulas generales (3), (4), (5), (6) y (7) con los ra-
dicales A, A', B'', R, R', R⁶, E y D allí definidos, se
pueden preparar por ejemplo los siguientes compuestos:

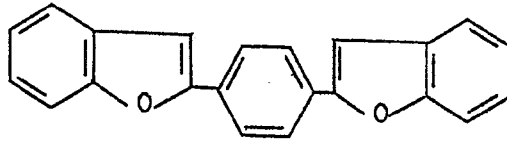


11-7-72

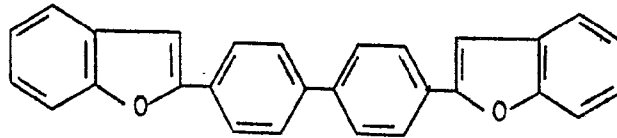
405652

-8
APR 1972
FBI

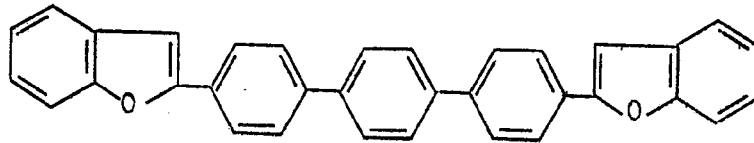
5



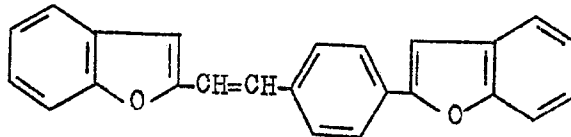
10



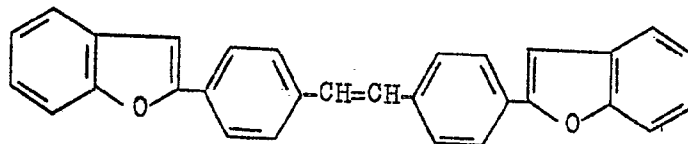
15



20



25



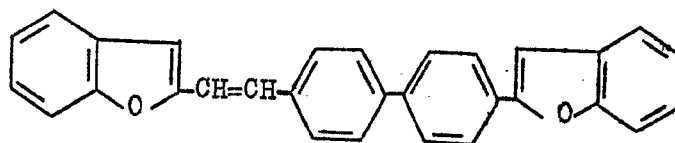
11-7-72

405652

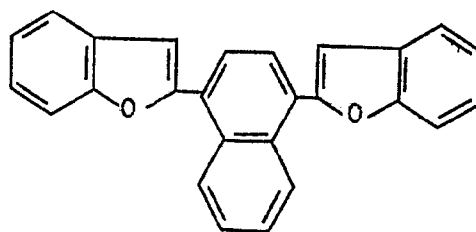
-8



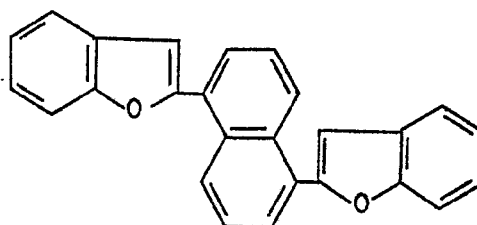
5



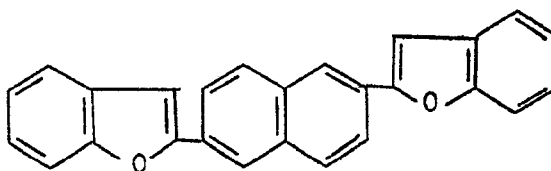
10



15



20



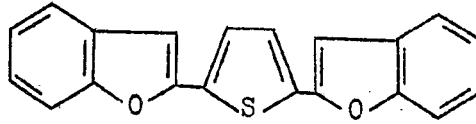
25

11-7-72

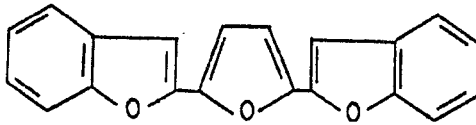
405652



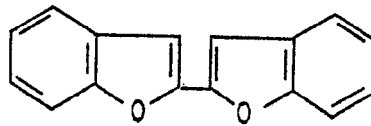
5



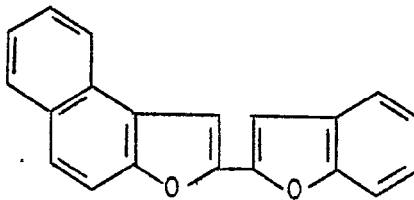
10



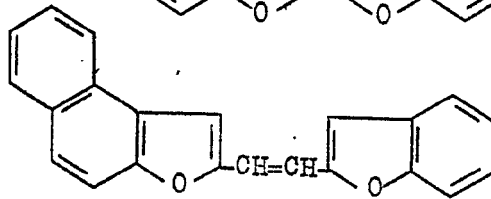
15



20



25

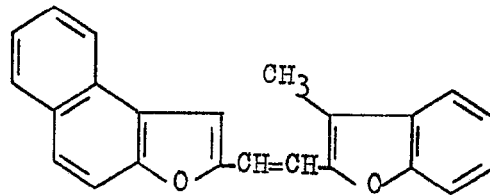


11-7-72

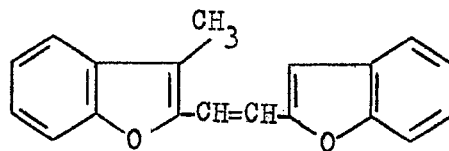
405652

-8 AGO 1972
U.S. PATENT OFFICE
OFFICE OF THE COMMISSIONER OF PATENTS AND TRADEMARKS
WASHINGTON, D.C. 20540

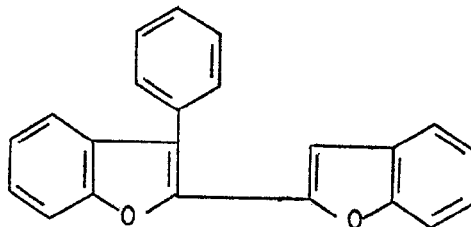
5



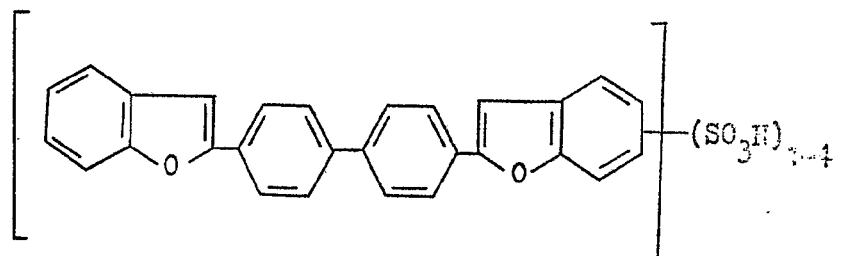
10



15



20



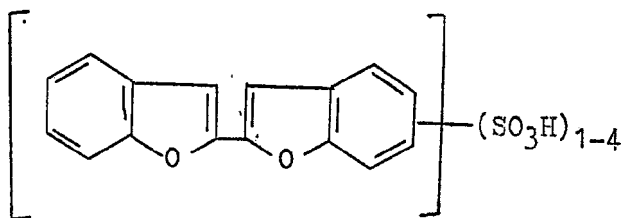
25

11-7-72

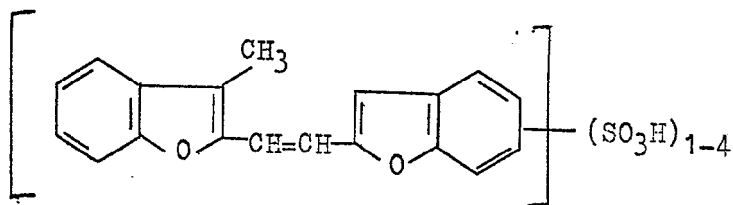
405652



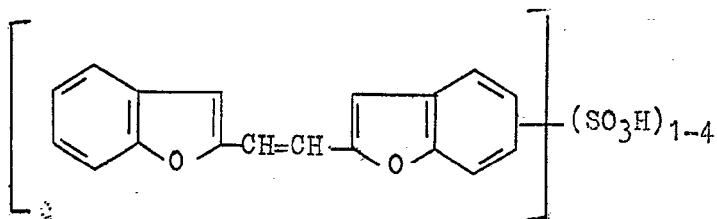
5



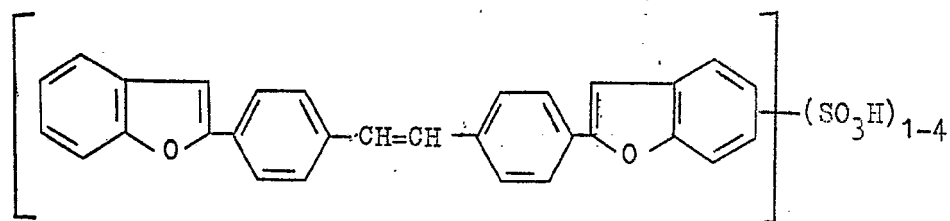
10



15



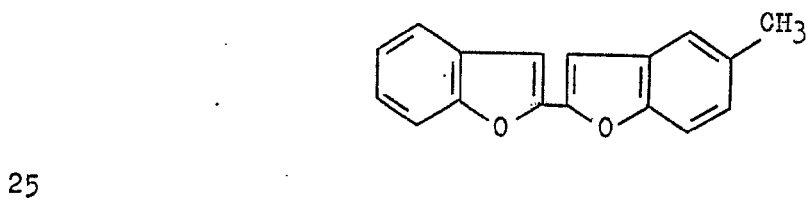
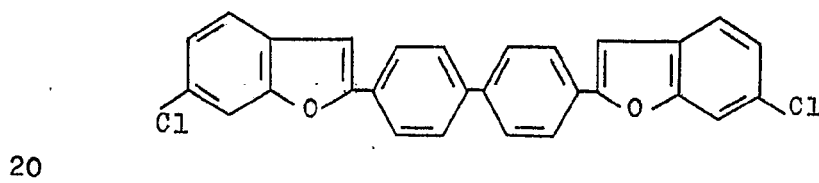
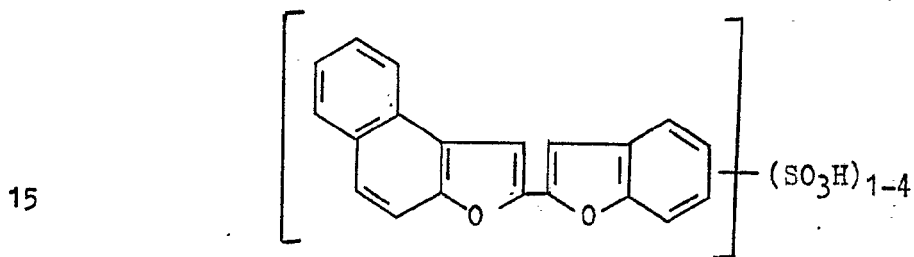
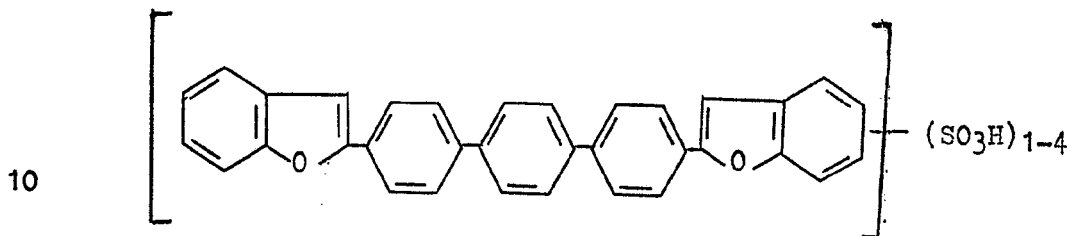
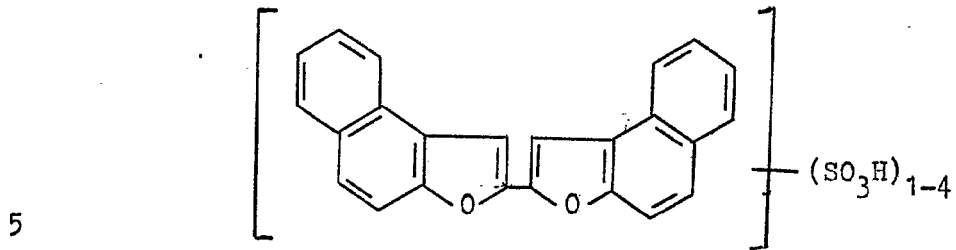
20



25

11-7-72

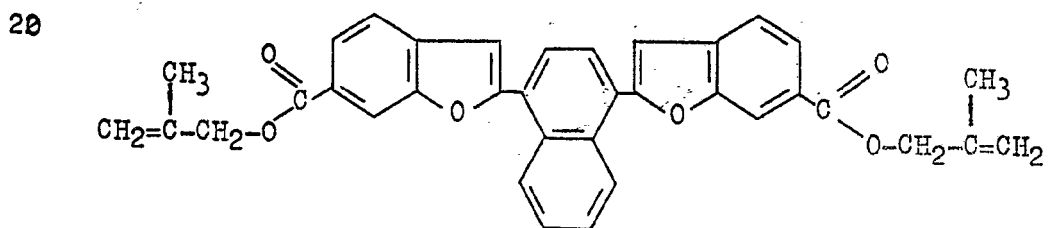
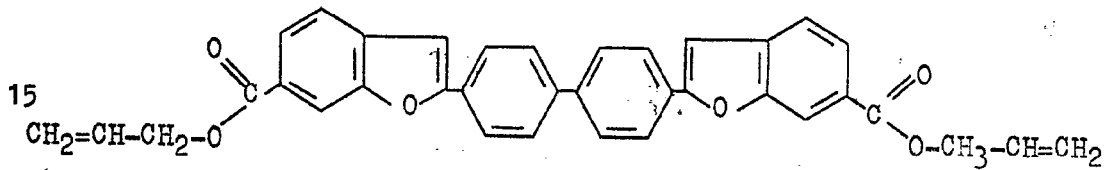
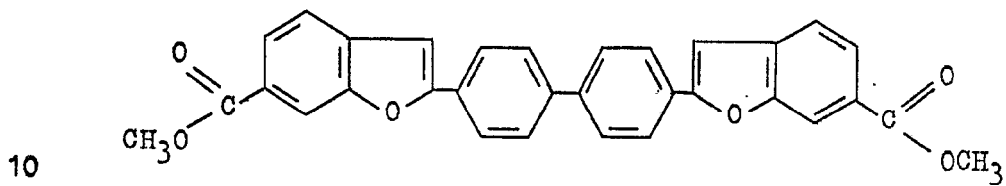
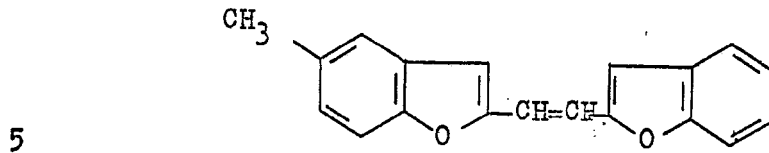
405652



11-7-72

405652

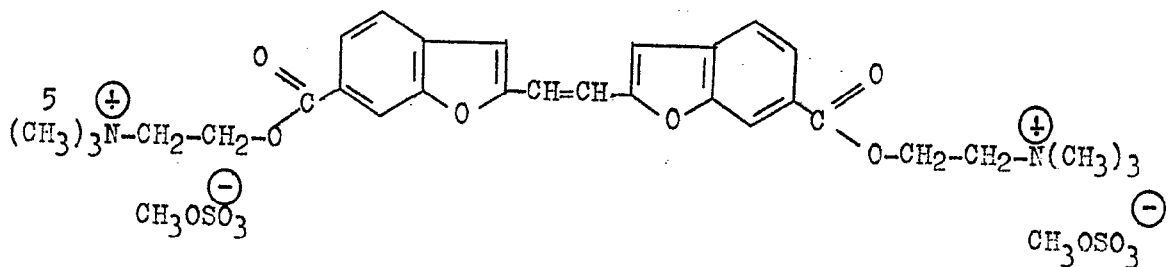
-8 AUG 1972



25

11-7-72

405652



10

Los nuevos compuestos de acuerdo con el invento, a causa de su capacidad de fluorescencia, tienen un amplio sector de utilizaciones. Sobre todo, sirven para el aclarado óptico de los más diferentes materiales orgánicos naturales y sintéticos. Dentro de estos se han de entender también los materiales orgánicos que pueden ser utilizados para el afino de sustancias minerales, por ejemplo de pigmentos inorgánicos.

15

En calidad de substratos a aclarar se pueden citar a modo de ejemplo los siguientes materiales: barnices, fibras sintéticas, tales como por ejemplo las constituidas a base de acetilcelulosa, poliésteres, poliolefinas, poli(cloruro de vinilo), poli(cloruro de vinilideno) o poliacrilonitrilo así como láminas, películas, bandas o cuerpos moldeados a base de dichos materiales.

20

25

11-7-72

405652



Los compuestos de acuerdo con el invento, insolubles en agua, pueden emplearse disueltos en disolventes orgánicos o en forma de una dispersión acuosa, ventajosamente ayudándose de un agente dispersante. En calidad de agente dispersante entran en consideración, a modo de ejemplo, jabones, poliglicoléteres, que se derivan de alcoholes grasos, aminas grasas o alcoholifenoles, lejías residuales de celulosa al sulfito o productos de condensación de ácidos naftalensulfónicos eventualmente alcoholados con formaldehído.

Los compuestos aniónicos de acuerdo con el invento solubles en agua son apropiados especialmente para el aclarado óptico de fibras celulósicas naturales y regeneradas así como de lana y fibras de poliamidas sintéticas.

Especialmente, en el presente caso los compuestos que contienen grupos de ácido sulfónico se caracterizan por una excelente afinidad para fibras de algodón y de poliamida. Se han de hacer resaltar los aclarados de elevado brillo en el apresto en alto grado de algodón, las excelentes solidez frente a la luz y frente a la luz en húmedo y también la estabilidad frente a los ácidos así como la estabilidad frente a los cloritos, lo cual es especialmente importante en el aclarado de fibras de mezcla, que necesitan un blanqueo adicional con cloritos.

405652



Los compuestos catiónicos de acuerdo con el invento solubles en agua son apropiados especialmente para el aclarado óptico de copolímeros de acrilonitrilo, especialmente de los copolímeros usuales en el comercio que
5 tienen un contenido mínimo de aproximadamente 85% de acrilonitrilo.

A los benzofuranos de la fórmula general (1) pueden añadirse también agentes de lavado. Estos pueden
10 contener las sustancias de carga y auxiliares usuales, tales como silicatos de metal alcalino, polifosfatos y polimetafosfatos de metal alcalino, boratos de metal alcalino, sales de metal alcalino de carboximetilcelulosa, estabilizadores de la espuma, tales como alcanolamidas de ácidos
15 grasos superiores o agentes formadores de complejos, tales como sales solubles del ácido etilendiaminotetraacético o de ácido dietilentriaminopentaacético así como también agentes blanqueantes químicos, tales como perboratos o percarbonatos. Se obtienen resultados muy buenos también
20 con agentes de lavado que poseen un contenido de perborato en presencia de agentes activadores del perborato. Tampoco los agentes desinfectantes usuales utilizados en agentes de lavado perjudican a los efectos de aclarado de los compuestos de acuerdo con el invento.

El aclarado del material fibroso con el baño de tratamiento de aclarado acuoso o eventualmente orgá
25

405652



5 nico se efectúa o bien según el procedimiento de impreg-
nación con agotamiento a temperaturas preferiblemente de
aproximadamente 20 hasta aproximadamente 150°C o bien en
las condiciones del método Thermosol, siendo impregnado
el material textil con la solución o dispersión del aclu-
rador y siendo exprimido entre rodillos hasta un conteni-
do de humedad residual de desde aproximadamente 50 hasta
aproximadamente 120%. Seguidamente, el material textil
es sometido durante 10 a aproximadamente 300 segundos a
10 un tratamiento de temperatura, preferiblemente mediante
calor seco, a aproximadamente 120 hasta aproximadamente
240°C. Este proceso de tratamiento según el método Ther-
mosol puede ser combinado también con otras operaciones
de apresto, tales como por ejemplo el apresto con resi-
15 nas sintéticas con el fin de facilitar la conservación
y el cuidado de los materiales.

Además, los compuestos de acuerdo con el
invento pueden ser añadidos a materiales orgánicos de
alto peso molecular antes de la configuración de éstos
o durante la misma. Así, pueden ser agregados a las ma-
20 sas de moldeo por compresión, por ejemplo en la fabrica-
ción de películas, láminas, bandas o cuerpos moldeados,
o pueden ser disueltos en la masa de hilatura antes de
efectuar la hilatura. Compuestos apropiados pueden tam-
25 bién ser añadidos a los materiales de partida de bajo pe-

11-7-72

-8 400 1972

405652

so molecular antes de la policondensación o de la polimerización tal como en el caso de la poliamida-6, de la poliamida-6,6 o de ésteres lineales del tipo de poli(tereftalato de etilénglicol).

5 Los compuestos de acuerdo con el invento, que están sustituidos por uno o preferiblemente dos grupos carboxi o carboalcoxi, pueden estar unidos a moléculas de poliésteres lineales y a poliamidas sintéticas mediante un enlace éster o amida, cuando son añadidos en condiciones apropiadas a estos materiales o preferiblemente a las sustancias de partida de éstos. De esta manera, los aclaradores fijados al substrato mediante un enlace químico se caracterizan por una solidez extraordinariamente elevada frente a la sublimación y a los disolventes.

10
15
20
25
Compuestos olefínicamente insaturados de acuerdo con el invento, que además del sistema fluorescente contienen también al menos un doble enlace olefínico polimerizable, pueden ser utilizados para la preparación de polímeros o mezclas de polímeros fluorescentes, polimerizándolos, con conservación del sistema fluorescente, como tales o en mezcla con otros compuestos vinílicos monómeros o polímeros. Estos polímeros fluorescentes pueden ser mezclados a continuación también con polímeros no fluorescentes. Los polímeros aclarados ópticamente de

11-7-72

405652



5 este modo se caracterizan por un elevado grado de blancura. Además de ello, a causa de la fijación por unión química de las moléculas de aclarador con los polímeros se garantiza una elevada solidez frente a la sublimación y a los disolventes.

10 La cantidad de los compuestos de la fórmula general (1) a utilizar de acuerdo con el invento, referida al material que ha de ser aclarado ópticamente, puede oscilar dentro de amplios límites dependiendo del sector de empleo y del efecto deseado. Esta cantidad puede ser determinada con facilidad mediante ensayos y se encuentra en general entre aproximadamente 0,01 y aproximadamente 2%.

15 Ejemplo 1.

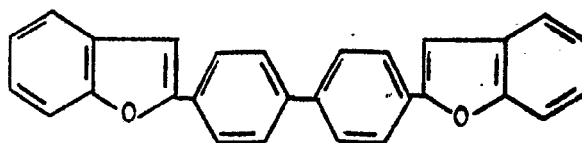
20 21,1 g de 4,4'-bis-(orto-formil-fenoxi)-dibencilo (punto de fusión: 187°C) son calentados a ebullición bajo atmósfera de N₂ durante 6 horas en 250 ml de dimetilformamida (DMF) con 22,4 g de ter-butilato de potasio. A continuación se deja enfriar, se filtra con succión el precipitado resultante, se lava con metanol y se seca en vacío a 60°C.

De este modo se obtienen 9,2 g de producto bruto de la fórmula

25

11-7-72

405652



(101)

10 Se recristaliza en 500 ml de benzoato de metilo con adición de carbón activo. El producto cristalino purificado está coloreado débilmente de amarillo y funde a una temperatura superior a 300°C.

$C_{28}H_{18}O_2$ calc.: C 87,9 H 4,79

(386,45) enc.: C 87,5 H 4,80

λ_{max} (absorción/DMF) = 351 nm, $\xi = 7,06 \cdot 10^4$

15

Ejemplo 2.

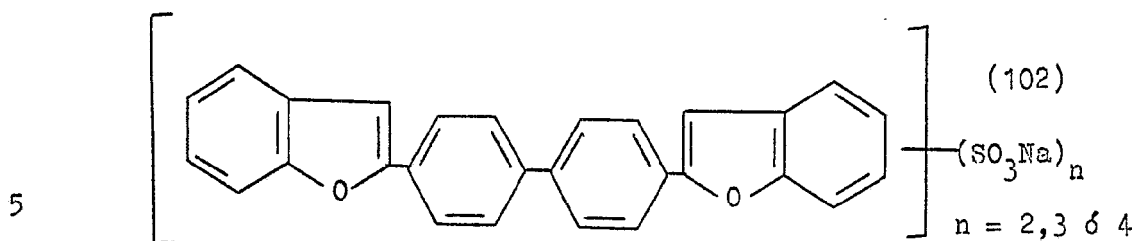
10 g del compuesto (101) son calentados a 60°C durante 2 horas en 50 ml de ácido sulfúrico concentrado. A continuación se deja enfriar y se vierte sobre 20 100 ml de agua helada. Por neutralización con lejía de sosa y por subsiguiente precipitación salina con cloruro de sodio se obtienen 40 g de una mezcla consistente en cloruro de sodio, sulfato de sodio y la sal sódica del compuesto (102)

25

11-7-72

405652

-8 AGO 1972



La sal es secada en vacío a 60°C. La mezcla

de sustancias, amarillenta, es fácilmente soluble en agua, lejías y ácidos con fluorescencia azul intensa.

10 λ_{\max} (absorción/agua) = 354 nm, $\xi = 6,63 \cdot 10^4$ (peso molecular medio 745; teóricamente, para n = 3 : 693, para n = 4 : 795).

La mezcla puede ser separada de manera conocida en sus componentes, por ejemplo por cromatografía o cristalización fraccionada.

15

Ejemplo 3.

26,8 g de benzofuril-(2)-metil-dietilfosfonato son disueltos, conjuntamente con 14,6 g de benzofuran-2-aldehído, en 150 ml de DMF. Enfriando con hielo se añaden 12,5 g de hidróxido de sodio (en forma de polvo, aproximadamente al 80%). Se hace reaccionar la mezcla ulteriormente durante 1 hora, con agitación, a la temperatura ambiente. Seguidamente se introduce la carga, con agitación, en 500 ml de agua helada, se ajusta a neutralidad con ácido clorhídrico y se filtra con succión el precipitado. Después del secado se recristaliza dos veces, cada vez en 400 ml de n-butanol, con adición de

20

25

24-7-72

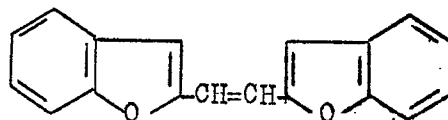
405652

-8 A3



carbón activo. De este modo se obtienen 12 g de lamini-
llas brillantes débilmente coloreadas en amarillo, de la
fórmula

5



(103)

10

con un punto de fusión de 185-186°C.

De manera análoga a como se indica en el
Ejemplo 2 se puede preparar el derivado de ácido sulfó-
nico (104) a partir del compuesto (103).

15

Ejemplo 4.

13,4 g de benzofuril-(2)-metil-dietilfosfo-
nato son hechos reaccionar análogamente al Ejemplo 3 con
8 g de 3-metil-benzofuran-2-aldehído y 6,2 g de hidróxido
de sodio en 100 ml de DMF. A continuación del tratamiento
allí descrito se obtienen 7,7 g de cristales de color ama-
rillo de la fórmula

20

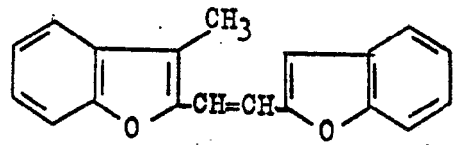
25

11-7-72

-8 A80-1372

405652

5



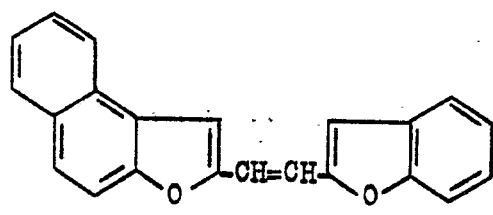
(105)

con un punto de fusión de 97-98°C.

10

De manera análoga se obtienen también los compuestos (106), (107), (108) y (109) con las siguientes constituciones:

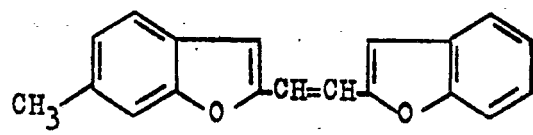
15



(106)

p. de f.: 210 - 211°C

20



(107)

25

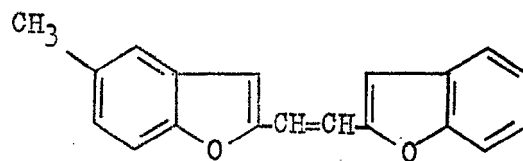
p. de f.: 147°C

11-7-72

-8 AGO 1972

405652

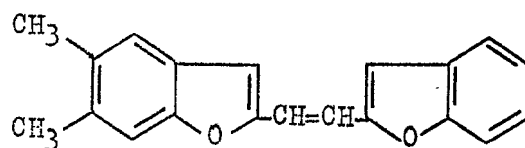
5



(108)

p. de f.: 172°C

10



(109)

15

p. de f.: 195 - 196°C

Ejemplo 5.

20 21,1 g de 2-bromometil-benzofurano son ca-
lentados a ebullición en DMF durante 45 minutos juntamente
con 14,8 g de sal sódica de aldehído salicílico. A conti-
nuación se enfría y se introduce la carga, con agitación,
en una mezcla de 250 ml de ácido clorhídrico 1 N y 250 ml
de agua. El precipitado es filtrado con succión, lavado
25 con agua hasta neutralidad y secado en vacío a 60°C. De

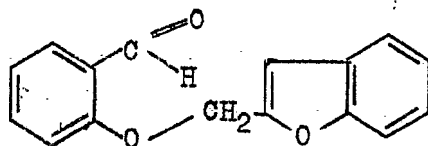
11-7-72

405652

-8 AGO 1972

esta manera se obtienen 22,5 g del compuesto

5



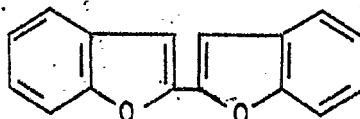
(110)

con un punto de fusión de 62 a 63°C.

10

20 g del compuesto (107) son tratados durante 30 minutos en 100 ml de DMF hirviendo con 8 g de ter-butolato de potasio. Al enfriar se separa por cristalización el compuesto:

15



(111)

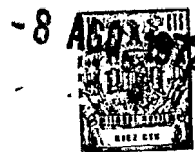
20

en forma de agujitas de color amarillo débil. Se filtra con succión, se lava con etanol y se seca en vacío. Rendimiento: 15,3 g. P. de f.: 197-198°C.

25

11-7-72

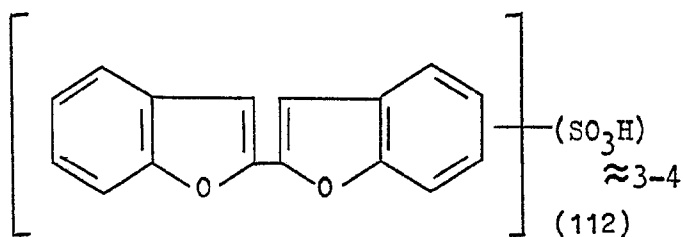
405652



Ejemplo 6.

10 g del compuesto (108) son calentados a 60°C durante 2 horas análogamente al Ejemplo 2 en 30 ml de H₂SO₄ concentrado. De acuerdo con el modo de trabajo allí descrito se obtienen 35 g de una mezcla de cloruro de sodio, sulfato de sodio y la sal sódica del compues-
to

10



15

La sal es secada en vacío a 60°C. La mezcla de sustancias débilmente amarillenta es fácilmente soluble en agua, lejías y ácidos, con una intensa fluorescencia.

20

λ_{max} (absorción/H₂SO₄ 1 N) = 353 nm.

Ejemplo 7.

Si en lugar de sal sódica de aldehído salicílico se utiliza la sal sódica del 2-naftol-1-aldehído, empleando 2-bromometil-benzofurano, en condiciones

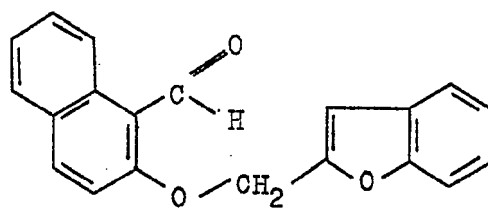
25

24-7-72



de trabajo por lo demás enteramente análogas a las del Ejemplo 5, aislando de modo intermedio el compuesto de fórmula

5

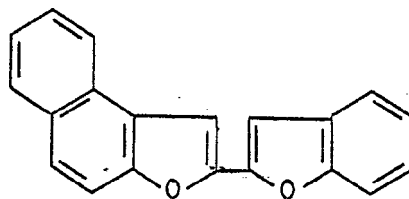


(113)

10

(p. de f. 141-142°C), se obtiene el compuesto

15



(114)

20

con un punto de fusión de 171°C.

Por sulfonación de manera análoga al Ejemplo 6 se puede preparar el correspondiente derivado sulfonado a partir del compuesto (114).

25

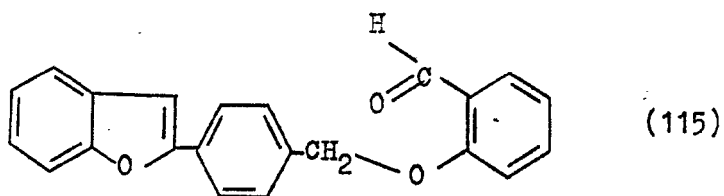
405652



Ejemplo 8.

Si se procede tal como se describe en los Ejemplos 5 y 7, por condensación de

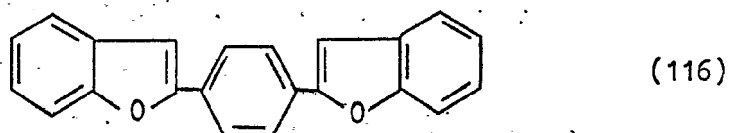
5



10

(p. de f. 108-110°C) se obtiene el compuesto

15



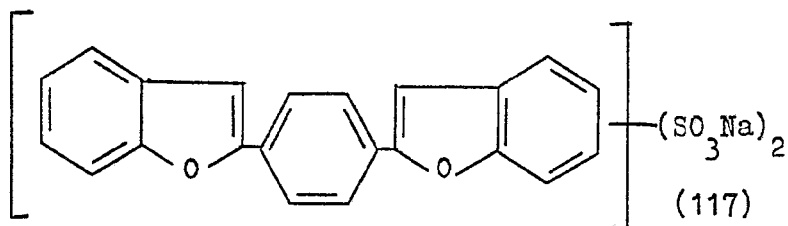
20

(p. de f.: 306-308°C), que por sulfonación con H_2SO_4 concentrado puede ser transformado fácilmente en los compuestos (117) y (118)

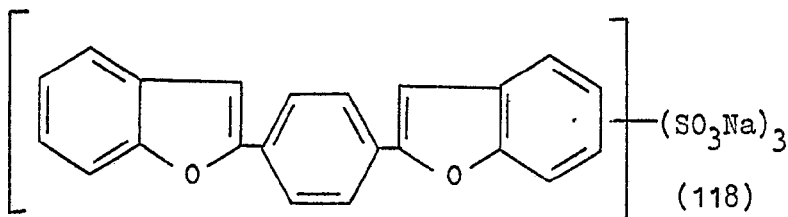
25

11-7-72

5



10

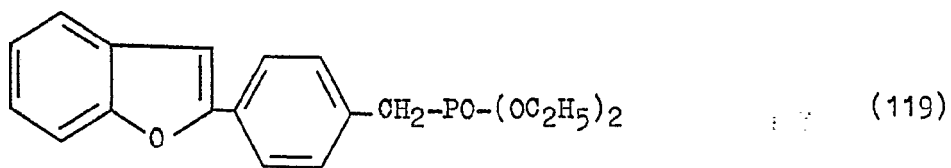


15

Ejemplo 9.

A una suspensión de 44 g de hidróxido de sodio en forma de polvo, aproximadamente al 90% en dimetilformamida, se añade gota a gota a una temperatura interior de 50°C como máximo una solución de 16,8 g del compuesto

20



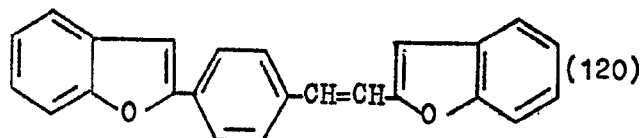
25

405652



5 y 7,4 g de benzofuran-2-aldehído en 200 ml de dimetilformamida. Después de una reacción ulterior durante 60 minutos se enfría a +5°C y se filtra con succión el precipitado resultante. Se lava con agua hasta neutralidad, a continuación se lava con metanol y se seca en vacío a 60°C. De este modo se obtienen 9,1 g de un producto bruto del compuesto de la fórmula (120)

10

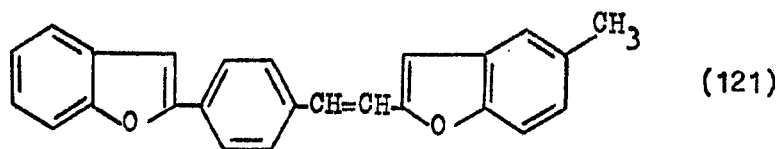


15

de punto de fusión 290°C (en DMF).

De manera análoga se obtienen también los compuestos de las fórmulas (121) hasta (124) que poseen las siguientes constituciones:

20



25

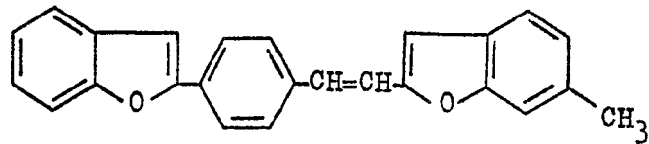
p. de f.: 297-298°C

11-7-72

405652

-8 AGO 1972

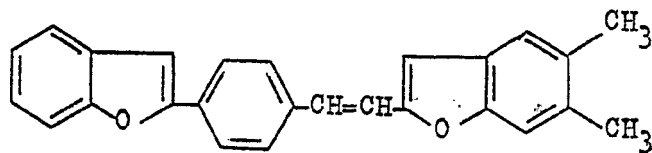
5



(122)

p. de f.: 258°C

10

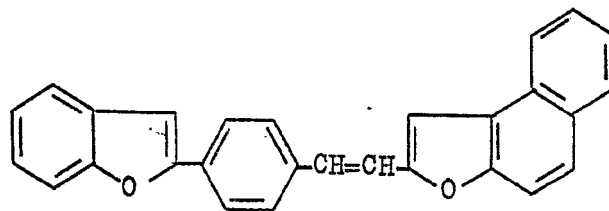


(123)

p. de f.: 289°C y

15

20



(124)

p. de f.: 283-285°C

25

11-7-72

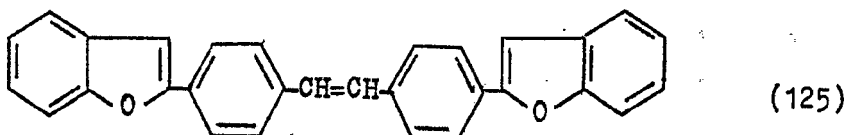
405652

-8 AGO



Por reacción de (119) con 2-(para-formil-
-fenil)-benzofurano en las condiciones arriba descritas,
se obtiene el compuesto de la fórmula (125)

5



10

P. de f. = > 370°C.

Análisis $C_{30}H_{20}O_2$	Calc. C 87,4	H 4,88
(412,46)	Enc. C 87,6	H 4,94

λ_{max} (absorción/DMF) = 384 nm, $\epsilon = 8,9 \cdot 10^4$.

15

Ejemplo 10.

Un tejido de telar de algodón, que había si-
do blanqueado previamente de manera conocida con peróxido
de hidrógeno y había sido secado subsiguientemente, fue
impregnado con una solución que contenía 2 g/litro de un
aclarador óptico de la fórmula (102), 250 g de una resi-
na de dimetilol-dihidroxietilenurea y 120 ml de ácido
clorhídrico. El tejido de algodón fue exprimido entre ro-
dillos. El contenido de humedad residual era de 60%. A
continuación, el tejido fue enrollado en forma de rollos

11-7-72

405652

-8 AGO



y fue almacenado a la temperatura ambiente durante 18 horas. Después de lavar y secar, el material mostró un excelente grado de blancura (de acuerdo con Berger, Die Farbe 8 (1959) pág 187 y siguientes, G. B. = $Y + 3(Z + X)$) de 181,3%, en comparación con un valor de 74,8% para el género crudo.

Ejemplo 11.

Un tejido de telar mixto de partes iguales de algodón y de fibras de poli(tereftalato de etilén-glicol), que había sido sometido de modo usual a tratamiento de chamuscado y desaprestado, fue impregnado con una solución que contenía 3 g/litro del aclarador óptico de la fórmula (102) y 15 g/litro de clorito de sodio. Por adición de 3 g/litro de fosfato monoamónico se activó de manera conocida el clorito de sodio. El tejido de algodón así impregnado fue exprimido entre rodillos y fue llevado a un contenido de humedad de 75%. A continuación, el tejido fue tratado con vapor saturado de 100°C durante 1 minuto y fue almacenado durante 45 minutos más en una atmósfera de vapor de agua a 98°C. Seguidamente se lavó del modo usual, se enjuagó y se secó. El tejido mostró un sobresaliente grado de blancura de 182,2% en comparación con 83,4% del género blanqueado de igual manera, pero tratado sin aclarador óptico. De igual manera se pueden emplear también los compuestos (117), (118) o (118a) o una

405652



mezcla de los mismos.

Ejemplo 12.

Un encaje producido en máquina Raschel a base de partes iguales de poliamida-6 y celulosa regenerada fue tratado en la proporción 1:12 en un baño de tratamiento que contenía 0,5 g/litro del aclarador óptico de la fórmula (102), 1,5 g/litro de clorito de sodio y 0,4 g/litro de un agente humectante a base de un alcohol graso oxetilado con un radical alcoholilo de 8 átomos de carbono y 12 unidades de etilenglicoléter en la molécula. La afinidad del aclarador óptico para el algodón fue aumentada mediante adición de 5 g/litro de sulfato de sodio. Para la activación del clorito de sodio se ajustó a pH 4 con ácido fórmico.

El género se incorporó a 20°C en el baño de tratamiento y se calentó primero a 50°C. A esta temperatura se dejó permanecer en reposo durante 60 minutos y se calentó adicionalmente a 80°C. Después de tratar durante 10 minutos moviendo de modo continuo el baño de tratamiento, se enfrió y se enjuagó a fondo. Después del secado, ambas porciones fibrosas estaban aclaradas ópticamente de modo homogéneo y mostraban un grado de blancura de 167,4%, en comparación con el género blanqueado sin adición de agente aclarador que tenía un grado de blancura de 78,3%. También se obtienen excelentes grados



de blancura con los compuestos (117), (118) ó (118a) o con una mezcla de estos compuestos.

Ejemplo 13.

5 Un tejido de telar de algodón fue tratado en una proporción de baño de tratamiento de 1:25 con un baño de tratamiento de lavado que contenía 6 g/litro de un agente de lavado con la siguiente composición:

10 9,8 % de isotridecanol-poliglicoléter con 8 moles de óxi
do de etileno por mol de isotridecanol
30 % de tripolifosfato sódico
15 % de pirofosfato tetrasódico
5 % de metasilicato sódico
2 % de carboximetilcelulosa
15 38 % de sulfato sódico
0,05 % del aclarador óptico (102)
así como 0,1 g/litro de cloro activo obtenido a partir de hipoclorito de sodio.

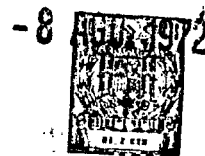
20 El tejido fué lavado durante 10 minutos a 40°C, enjuagado y secado. Este tratamiento se repitió has
ta 5 veces.

El tejido mostró un excelente grado de blan
cura y un claro aumento del mismo en comparación con el material no sometido a lavado.

25

3-8-72

405652



Género crudo, grado de blancura 74,8
Lavado 1 vez 114,2
Lavado 5 veces 133,6

5

Ejemplo 14.

Un tejido de telar de poli(tereftalato de etilén-glicol) fue impregnado con un baño de tratamiento que contenía en forma dispersada 0,8 g/litro del aclarador óptico de la fórmula (101). El material textil así tratado fue exprimido entre rodillos hasta que sólo contenía 60% de líquido con relación a su peso en seco y a continuación fue sometido a un tratamiento con aire caliente a 190°C. El tejido, después del tratamiento, tenía un excelente grado de blancura de 155,7% en comparación con uno de 78,8% en el material no tratado. También se obtienen buenos resultados con los compuestos (116), (120), (121), (122) y (123).

10

15

20

Ejemplo 15.

1000 partes en peso de épsilon-caprolactama fueron fundidas a aproximadamente 100°C en un aparato de vidrio, mantenido permanentemente bajo atmósfera de nitrógeno, con agitador de acero y refrigerador descendente. Se añadió, referido a la cantidad empleada de caprolactama, 0,08% en peso del compuesto (101) y 0,34% en

25



405652

5 peso de una suspensión acuosa al 12% de TiO_2 . A continuación se calentó con agitación primero durante una hora a 175-180°C. Tras haber transcurrido una hora se calentó adicionalmente hasta 275°C y se agitó a esta temperatura durante alrededor de 5 horas. Hacia el final del tiempo de reacción se introdujo una corriente más intensa de nitrógeno, con el fin de eliminar por destilación la lactama en exceso. La masa fundida de poliamida así preparada fue extruida a través de una hilera de rendija a la forma de banda, enfriada rápidamente en agua, recortada y seca.

10

Un tejido obtenido a partir de este policondensado por hilatura y textura en telar de punto poseía, en comparación con un tejido producido de igual manera pero sin añadirse agente aclarador, un grado de blancura grandemente acrecentado y una buena solidez frente a la luz.

15

Ejemplo 16.

20 En un aparato de vidrio que estaba provisto con un agitador, un tubo de introducción de gas, un dispositivo de vacío y un refrigerador descendente, se calentaron aproximadamente a la temperatura exterior de 200°C, bajo atmósfera de nitrógeno, 400 g de tereftalato de dimetilo, 310 g de etilenglicol y 0,5 g de óxido de antimo-

25

11-7-72

405652



5 nio. Se mantuvo durante 3 horas a esta temperatura, separándose lentamente por destilación el metanol. A continuación se añadieron 0,4 g del compuesto (125) y 20 g de una suspensión al 20% de TiO_2 en etilenglicol, se elevó la temperatura exterior a 285°C y se separó por destilación, con lenta disminución de la presión hasta aproximadamente 0,2 Torr en el transcurso de 3 horas, el etilenglicol. El bloque obtenido de este modo después del enfriamiento, a base de material de poliéster aclarado ópticamente, fue desmenuzado, granulado e hilado de manera usual para formar hilos o moldeado por compresión para formar láminas.

10

Los hilos o láminas así obtenidos mostraron un aspecto brillante con buena solidez frente a la luz.

15

Ejemplo 17.

10 kg de un tejido de punto de poliamida-6 fue tratado con un baño de tratamiento que contenía 0,3 g/litro de un agente aclarador de la fórmula (102) y 2 g/litro de clorito de sodio al 50%. El contenido del baño de tratamiento fue ajustado a pH 3,5 con ácido fórmico y fue llevado a 80°C en 20 minutos. Después de esto el material fue tratado a esta temperatura durante 30 minutos, fue enjuagado de modo usual y secado. El tejido de punto de poliamida manifestó un excelente grado de

20

25

11-7-72



blancura de 195% (de acuerdo con Berger) y era por consi-
guiente más de 15% mayor que el grado de blancura, que se
obtuvo en condiciones por lo demás iguales con el agente
aclarador óptico que hasta ahora era el más apropiado. El
5 grado de blancura del material no tratado era de 76%.

Ejemplo 18.

Un tejido de telar de poliámidá-6 fue im-
pregnado con una solución que por litro contenía 3 g del
compuesto de la fórmula (102), 15 g de poliglicol 400 y
10 2 ml de ácido fórmico. El tejido de telar fue exprimido
entre rodillos hasta un contenido de humedad de 70% y a
continuación fue tratado según el método Thermosol a 190°C
durante 20 segundos. Después de esto el tejido de telar
tenía un grado de blancura de 147% (de acuerdo con Ber-
15 ger), que era mayor en 72% que el grado de blancura del
género crudo. Se obtuvieron resultados similares también
cuando se emplearon los compuestos (117), (118) y (118a)
o mezclas de éstos.

20 Ejemplo 19.

Un tejido de telar de algodón previamente
tratado en medio alcalino de modo usual fue impregnado
con una solución que por cada litro contenía 25 g de pe-
róxido de hidrógeno al 35% en peso, 6 g de bicarbonato
25 de sodio, 2 g de carbonato de sodio, 9 g de fosfato mo-

405652



nosódico y 2 g del compuesto de la fórmula (102).

5 El tejido de telar fue llevado entre rodillos hasta un contenido de humedad de 100% y fue tratado durante 1 hora con vapor saturado de 100°C. Después de esto se enjuagó del modo usual en caliente y dos veces en frío cada vez durante 5 minutos, y luego se secó. El grado de blancura era de 173% (de acuerdo con Berger).

Ejemplo 20.

10 Un tejido de telar de algodón previamente tratado de acuerdo con el Ejemplo 11, pero sin aclarador óptico, fue impregnado con una solución que por cada litro contenía 100 g de dihidroxietilénurea, 15 g de cloruro de magnesio, y 2 g de aclarador óptico de la fórmula
15 (102).

20 El tejido impregnado de este modo fue secado de modo previo a 110°C y fue condensado durante 3 minutos a 150°C con calor seco. El tejido mostraba a continuación no sólo un sobresaliente efecto de apresto en alto grado con un ángulo de arrugas de 223°C, sino también un grado de blancura de 173% (de acuerdo con Berger).

Ejemplo 21.

25 Un tejido de telar de algodón hervido en

405652

-8 AGO 1972



medio alcalino y blanqueado fue impregnado con una solución que contenía 150 g/litro de propilénurea, 20 g/litro de cloruro de magnesio y 1 g/litro de aclarador óptico de la fórmula (102).

5

El tejido fue llevado hasta un contenido de humedad de 100% exprimiéndolo entre rodillos, y a continuación fue secado a 120°C. Después de esto fue condensado bajo condiciones de planchado permanente durante 10 minutos a 170°C. Mostró un grado de blancura de 147% (de acuerdo con Berger) y por consiguiente superaba a los aclaradores ópticos empleados hasta ahora en estas condiciones.

10

En lugar de la mezcla (102) citado en los Ejemplos 10, 11, 12, 13, 17, 18, 19, 20 y 21 pueden utilizarse de igual manera también los compuestos (102a), (102b) y (102c) aislados.

15

20

De manera similar a la que se describió en los Ejemplos 10 a 21, pueden emplearse también los siguientes compuestos, que habían sido sintetizados de modo análogo a los métodos de preparación precedentemente indicados, o habían sido preparados de acuerdo con procedimientos de por sí conocidos a partir de dichos productos mediante transformaciones químicas adicionales (Tabla 1).

25

24-7-72

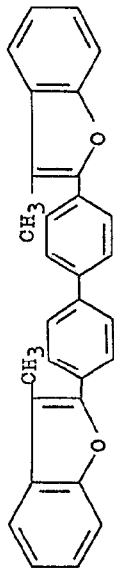
405652

405652

- 8 AGO 1972

Nº de orden Constitución λ_{max} (Absorción/DMF) Punto de fusión °C

5

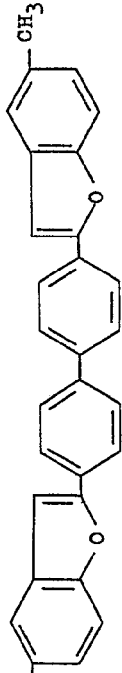


126

347

241

10

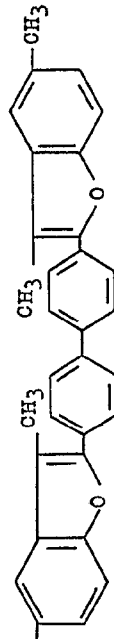


127

354

> 350

15

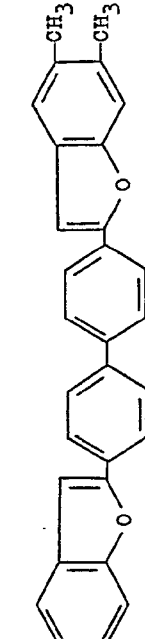


128

350

240-242

20



129

354

> 350

25

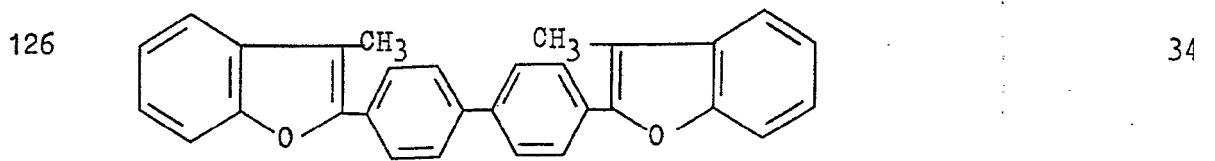
405652

Nº de
orden

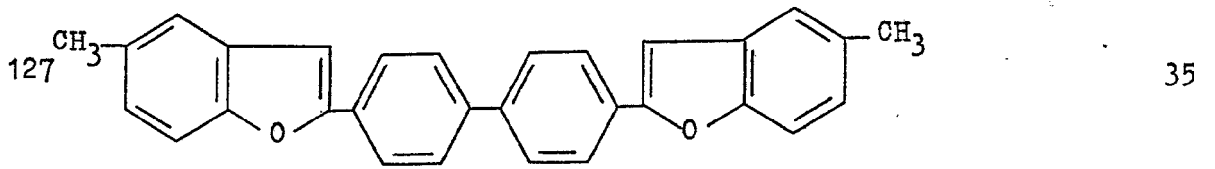
Constitución

λ_{\max} 4
(Absorci

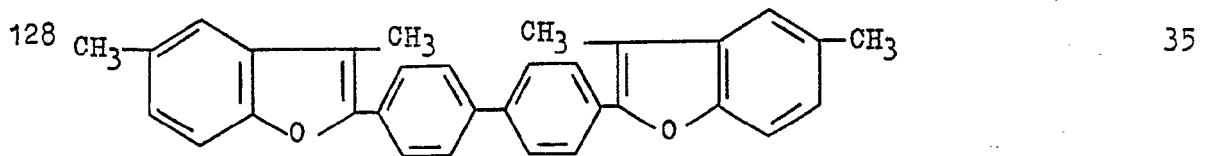
5



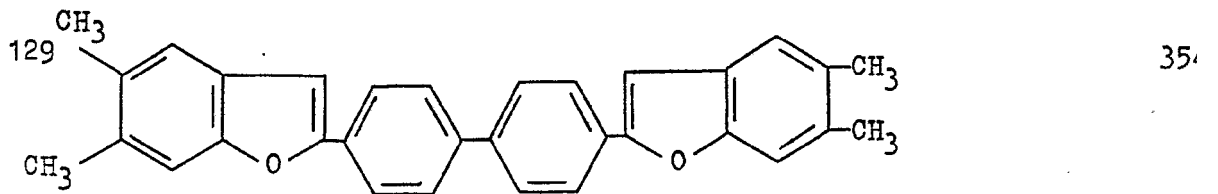
10



15



20



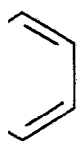
25

24-7-72

405652

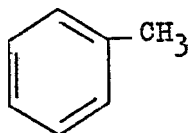
-8 AGO 1972

λ_{max} [nm]
(Absorción/DMF) Punto de fusión
 °C



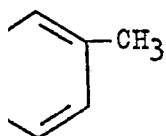
347

241



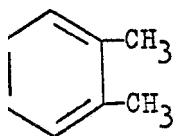
354

> 350



350

240-242



354

> 350

405652 -8 405652

405652

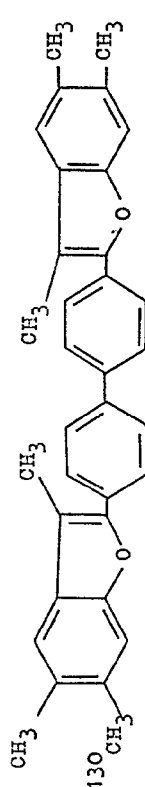
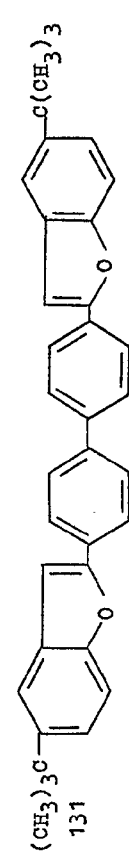
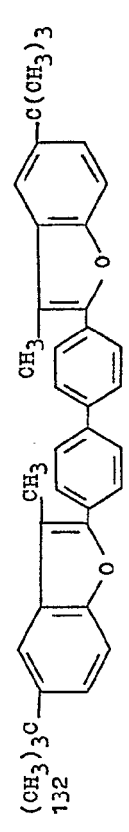
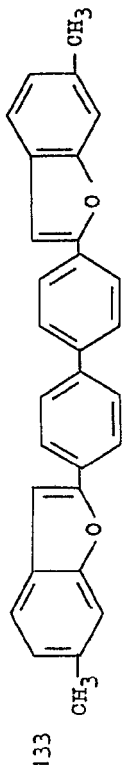
405652

λ_{max} Δmμ (Absorción/DMP)

Constitución

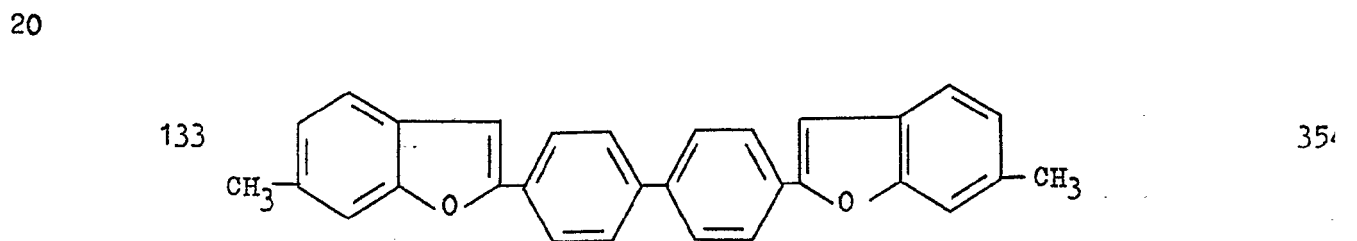
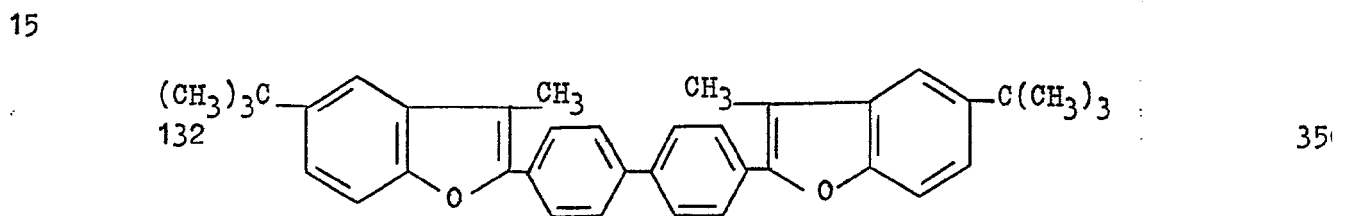
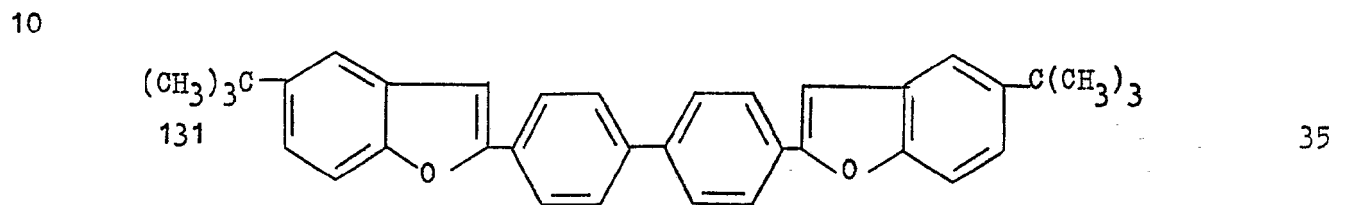
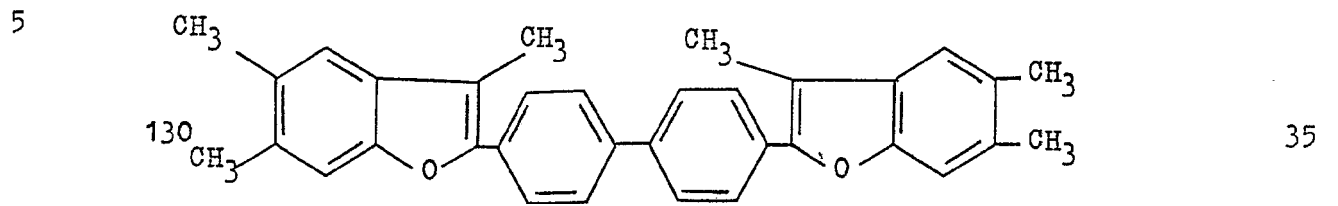
Nº de orden

Punto de fusión °C

5		356	270-272
10		354	> 350
15		350	297-301
20		354	> 350

405059

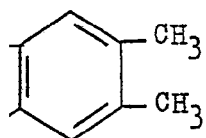
Nº de orden	Constitución	λ_{max} / (Absorci
-------------	--------------	----------------------------



25

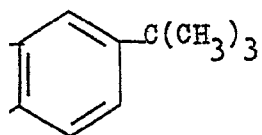
24-7-72

405652

 λ_{max} [nm]
(Absorción/DMF)Punto de fusión
°C

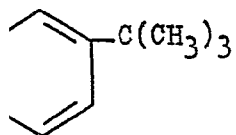
356

270-272



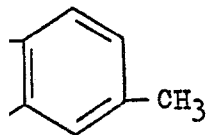
354

> 350



350

297-301



354

> 350



405652

405652

Nº de orden	Constitución	λ_{max} (nm) (Absorción/DNF)	Punto de fusión °C
134		352	250-251
135		360	> 350
136		357	268-270
137		376	> 350

5

10

15

20

25

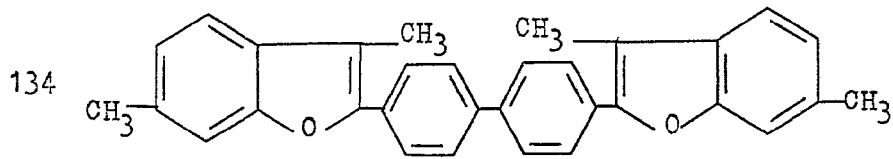
405052

Nº de
orden

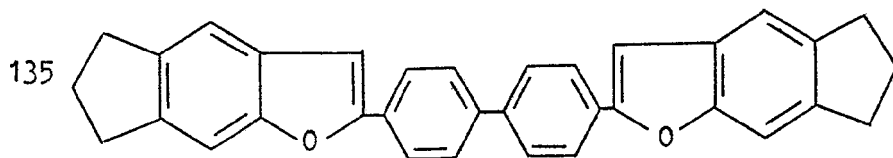
Constitución

λ_{\max}
(Absorc)

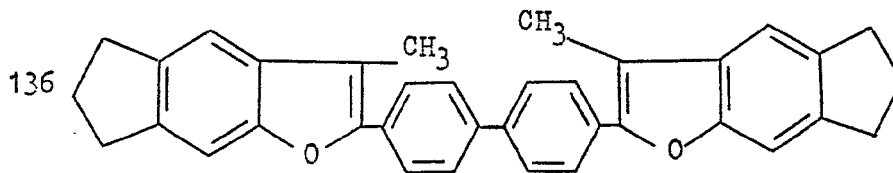
5



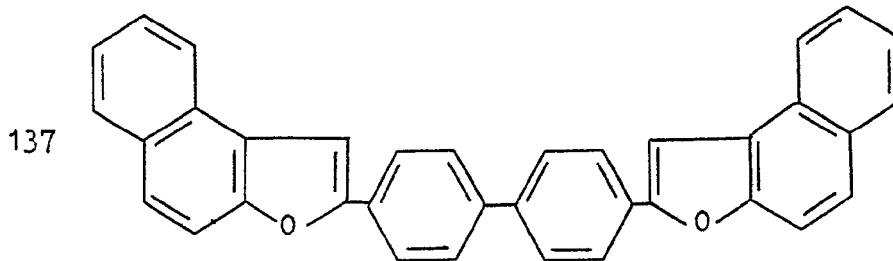
10



15



20



25

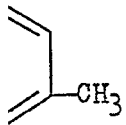
24-7-72

40565



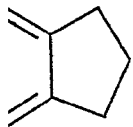
λ_{max} [nm]
(Absorción/DMF)

Punto de fusión
°C



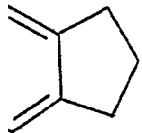
352

250-251



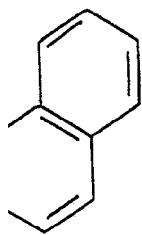
360

> 350



357

268-270



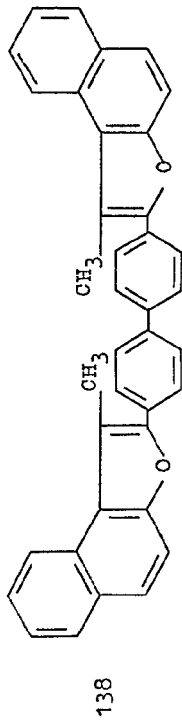
376

> 350

405652

405652
Agosto 1972

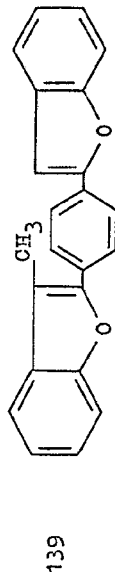
Nº de orden Constitución λ_{max} $\Delta_{\text{HE}}^{\text{HE}}$ Punto de fusión
(Absorción/DMF) °C



289-290

363

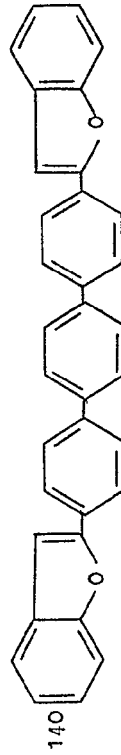
10



145

353

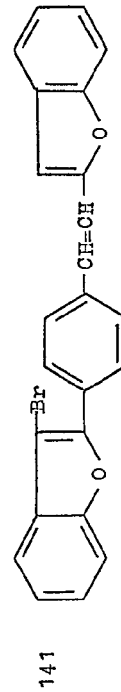
15



> 350

352

20



182

378

25

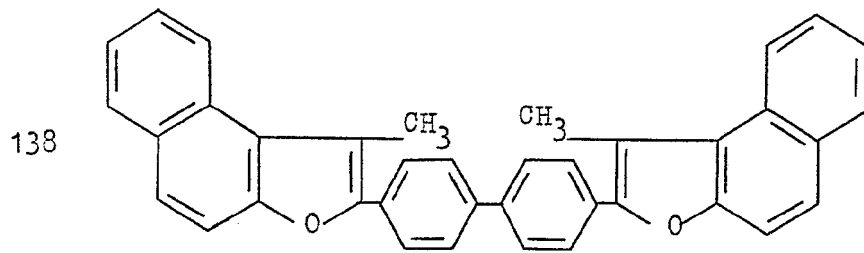
405652

Nº de
orden

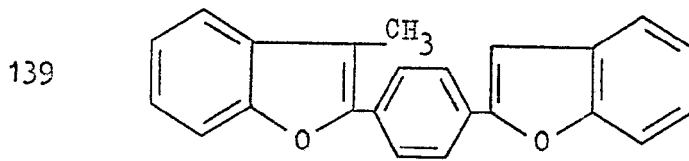
Constitución

λ_{\max}
(Absorción)

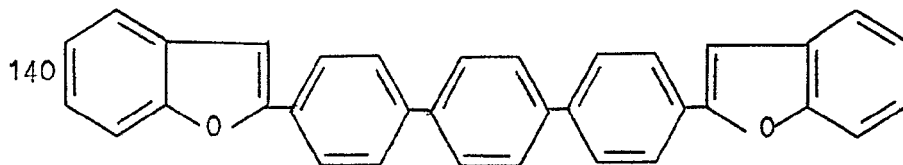
5



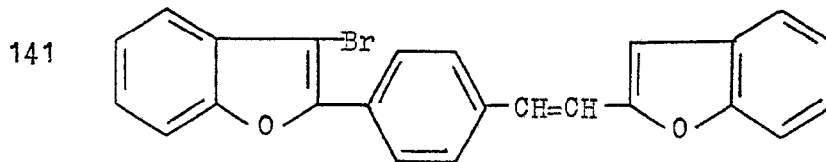
10



15



20

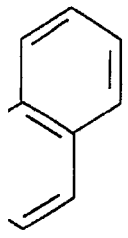


25

24-7-72

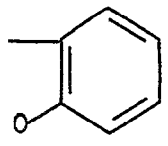
403652
8 AUG 1972
10 23 413
RECEIVED

λ_{max} $\overline{\text{nm}}$ Punto de fusión
(Absorción/DMF) °C

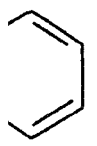


363 289-290

353 145



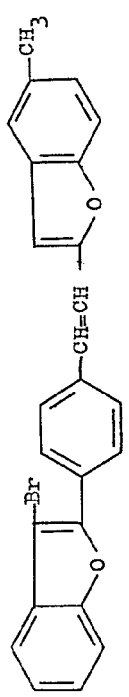
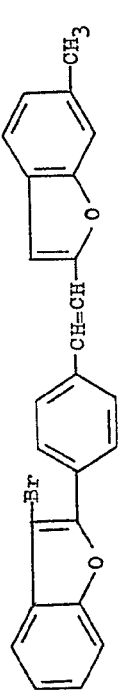
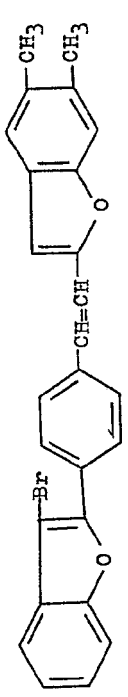
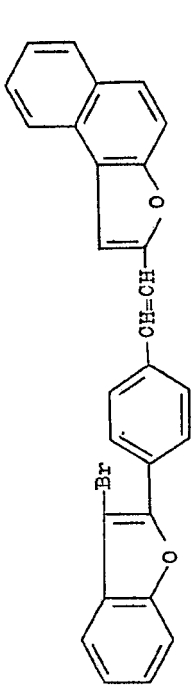
352 > 350



378 182

405652
-8 AGO

405652

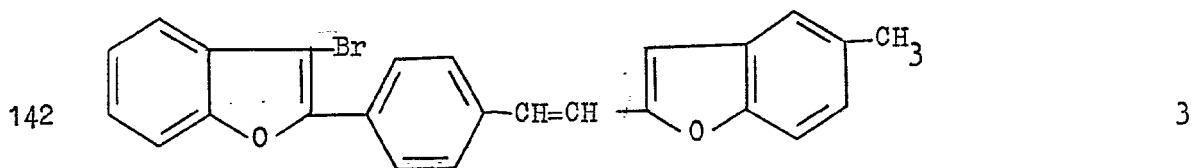
Nº de orden	Constitución	λ_{max} (nm) (Absorción/DMF)	Punto de fusión °C
5		380	229
10		381	190
15		383	203
20		393	210-213

25

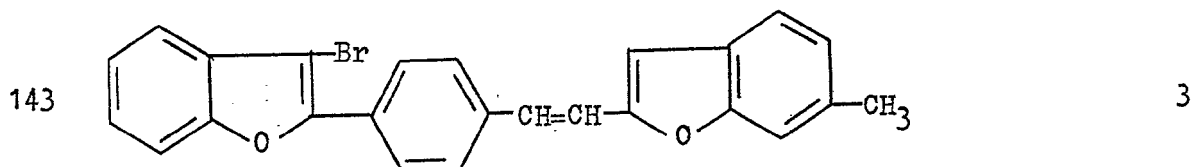
405652

Nº de orden	Constitución	λ_{max} (Absorc)
-------------	--------------	-----------------------------

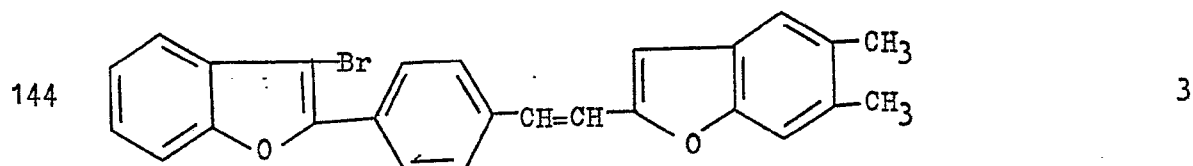
5



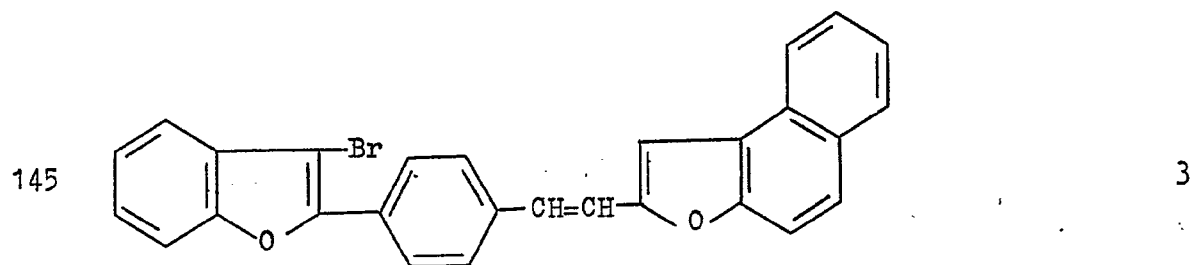
10



15



20



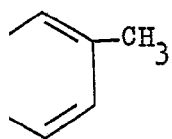
25

24-7-72

405652
- 8 AGO

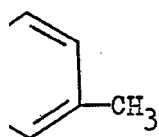


λ_{max} [nm]
(Absorción/DMF) Punto de fusión
 °C



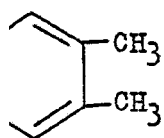
380

229



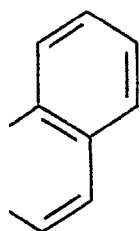
381

190



383

203

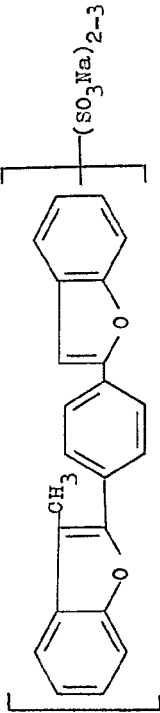
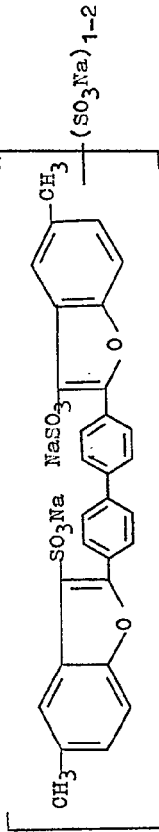
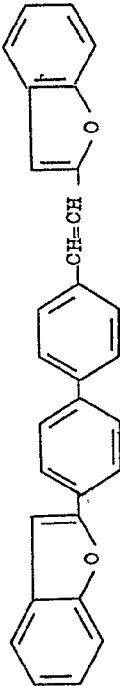
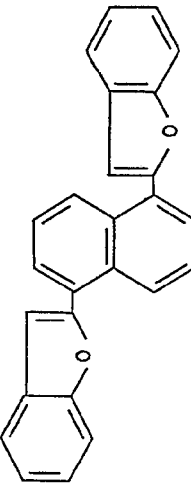


393

210-213

405052

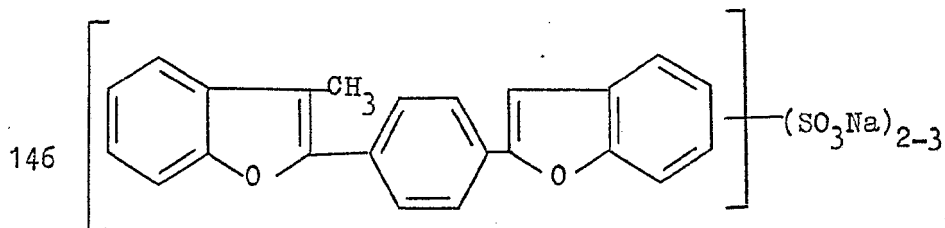
405052
-8
Albino

Nº de orden	Constitución	λ_{max} (nm) (Absorción/DMF)	Punto de fusión °C
5	 146	363	
10	 147	354	
15	 148	372	
20	 149	385	

405052

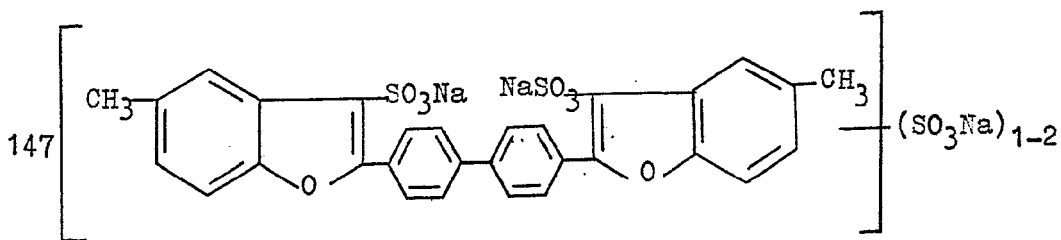
Nº de orden	Constitución	λ_{\max} / (Absorci
-------------	--------------	-----------------------------

5



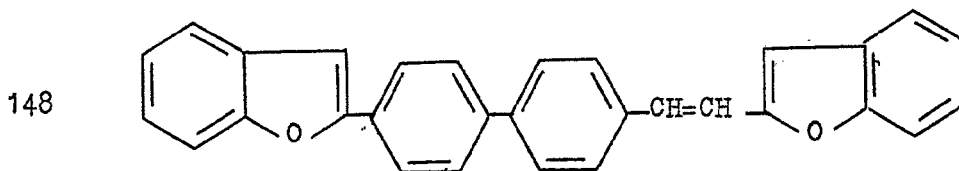
36

10



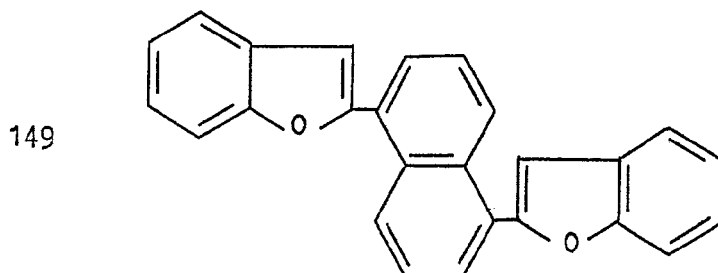
35

15



35

20



36

25

24-7-72

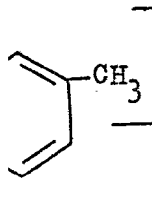
405652
-8 AGO 1952

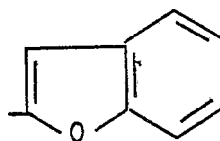


λ_{max} [nm]
(Absorción/DMF)

Punto de fusión
°C

[
- (SO₃Na)₂₋₃
] 363

 (SO₃Na)₁₋₂ 354

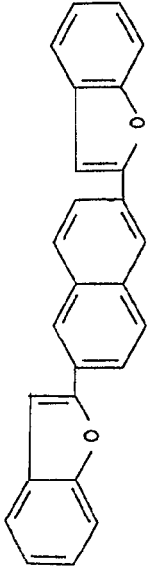
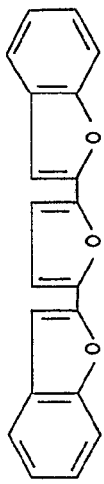
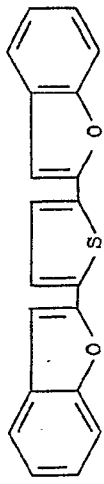
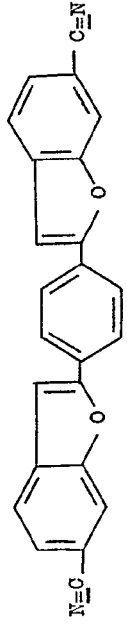
 372

385



405652
-8 AGO.

405637

Nº de orden	Constitución	λ_{max} (Absorción/DMF)	Punto de fusión °C
5		356	
10		381	
15		391	
20		362	

25

405652

- 8 AGO.



λ_{max} $\overline{\text{nm}}$ Punto de fusión
(Absorción/DMF) °C



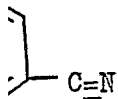
356



381



391



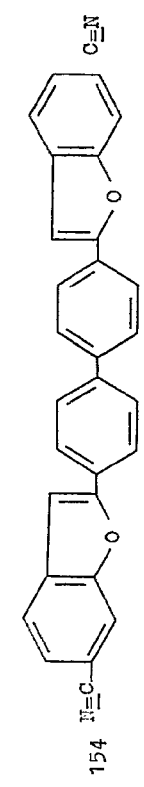
362



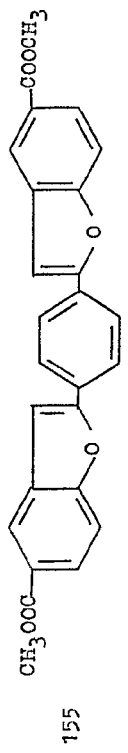
8
405652

405652

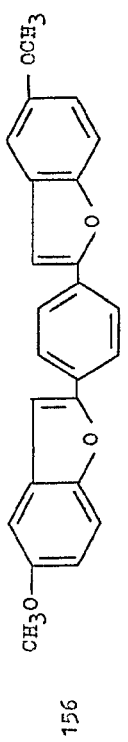
Nº de orden	Constitución	λ_{max} (nm) Absorción (DMF)	Punto de fusión °C
-------------	--------------	---	-----------------------



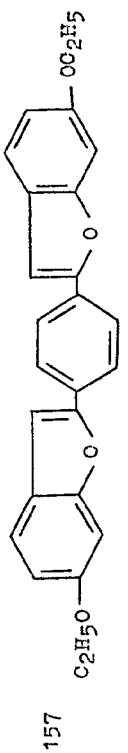
364



349



351



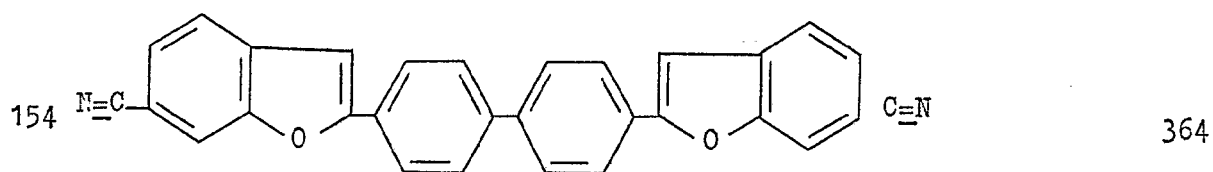
359

25

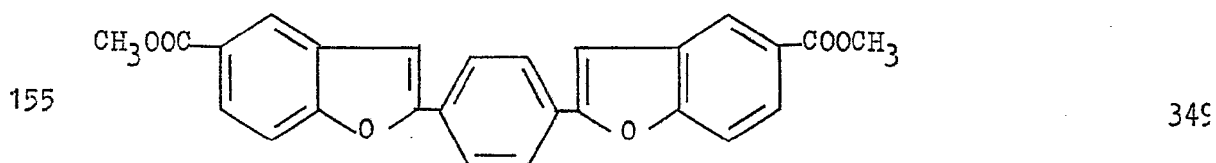
405652

Nº de orden	Constitución	λ_{max} $\Delta \epsilon$ Absorción:
-------------	--------------	--

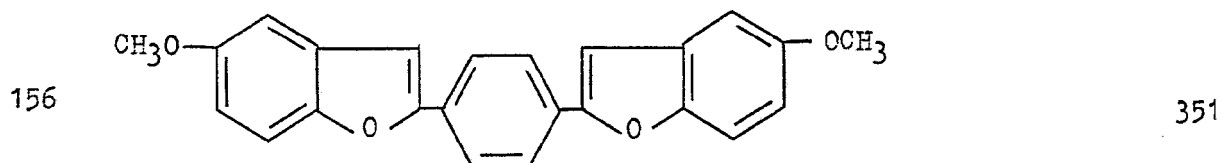
5



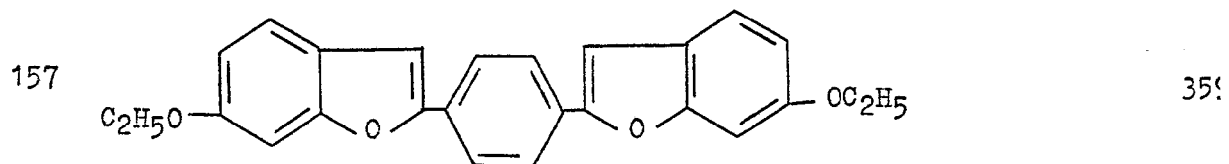
10



15



20



25

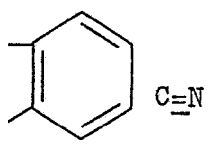
24-7-72

8 AGO 1972

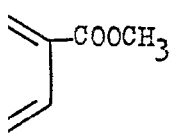
405652



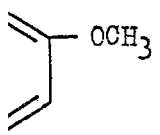
λ_{max} (nm)
Absorción (DMF)
Punto de fusión
°C



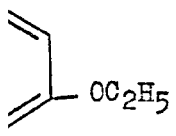
364



349



351



359



-8

405652

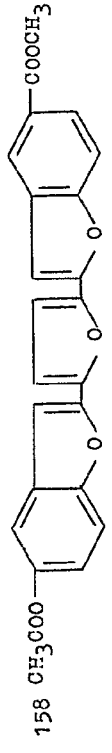
405652

λ_{max} Δ_{nm} Punto de fusión $^{\circ}C$
(Absorción/DMF)

Constitución

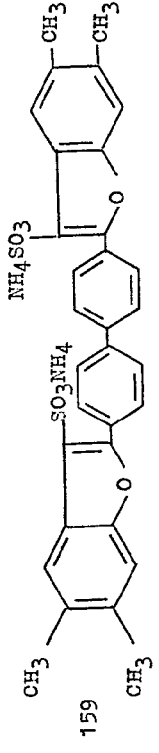
Nº de orden

5



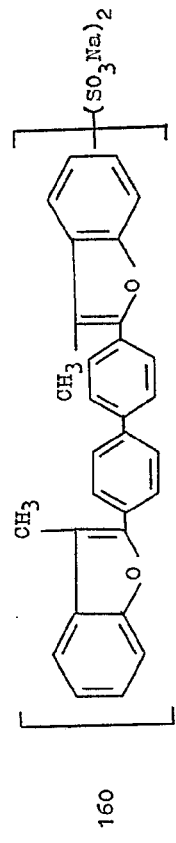
381

10



356

15

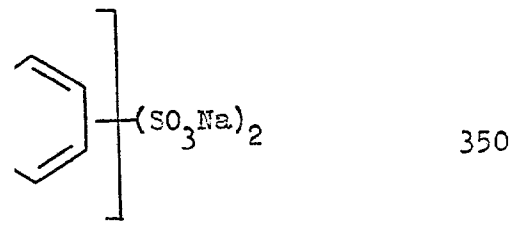


350

25



λ_{max} [nm] Punto de fusión **405652**
(Absorción/DMF) °C



405652



La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Suiza, el 13 de Agosto de 1.971, bajo el número 11924/71, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

10 REIVINDICACIONES

15 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

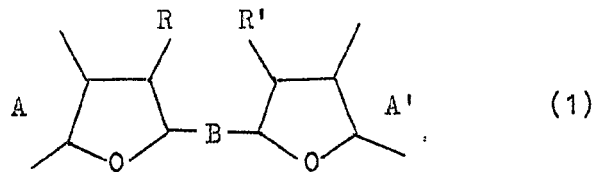
20 1ª.- Procedimiento para el aclarado óptico de materiales orgánicos, caracterizado porque los substratos son tratados con compuestos de la fórmula

25

21-10-73

MCE

405652



5

en la cual A y A' significan sistemas de anillos aromáticos mononucleares o polinucleares, que están unidos con los núcleos de furano con dos átomos de carbono contiguos del modo indicado, R y R' significan átomos de hidrógeno y de halógeno, grupos alcohol inferior, grupos fenilo eventualmente sustituidos por grupos alcohol inferior, alcoxi inferior o átomos de halógeno así como grupos carboxi o grupos sulfo eventualmente modificados funcionalmente, y B representa un enlace directo o una cadena enteramente conjugada de átomos de carbono, que puede ser total o parcialmente componente de sistemas de anillos carbocíclicos o heterocíclicos y se encuentra en conjugación con los dobles enlaces colindantes de los dos núcleos de furano.

10

15

20

2ª.- Procedimiento para el aclarado óptico de materiales orgánicos.

25

Tal y como se ha descrito en la Memoria

21-10-73

- 63 -

MGE

405652



que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de sesenta y cuatro
hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

30 OCT. 1973

Madrid,

P.A. Alfonso de Eizaburu
Por Poder

10

15

20

25

RMM/RMM
21-10-73

- 64 -

ME