

CASE 1-7946

410175

29 D



410175

Int. Cl. ² : C07D

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

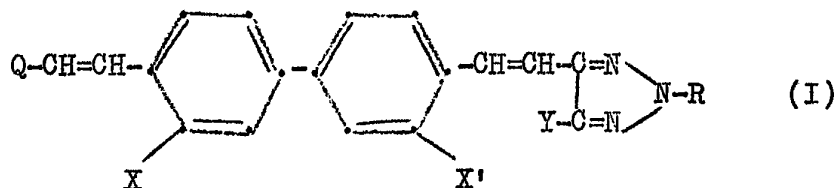
por "PROCEDIMIENTO PARA EL ACLARADO OPTICO DE MATERIALES ORGANICOS" a favor de la firma suiza GIBA-GEIGY AG, residente en BASIELA (Suiza).

- o -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a nuevos compuestos de 4,4'-divinil-difenilo, a su utilización para el aclarado óptico de materiales orgánicos, así como al procedimiento para su preparación.

5. Los nuevos compuestos corresponden a la fórmula



10. en la que



29 DIC 1976

- R significa fenilo, naftilo o difenililo eventualmente substituído no-cromóforo,
- 5. Y significa hidrógeno, cloro, bromo, alquilo (de preferencia con de 1 a 6 átomos de carbono), o fenilo, naftilo o difenililo eventualmente substituído no-cromóforo,
- Q significa fenilo, naftilo o difenililo eventualmente substituído no-cromóforo o un radical



en donde

- R' representa fenilo, naftilo o difenililo eventualmente substituído no cromóforo e
- 15. Y' representa hidrógeno, cloro, bromo, alquilo (de preferencia con de 1 a 6 átomos de carbono) o fenilo, naftilo o difenililo eventualmente substituído no-cromóforo y
- 20. X y X' independientemente entre sí, representan hidrógeno, halógeno, alquilo o alcóxilo con de 1 a 4 átomos de carbono o los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales, en donde el número de los grupos de ácido sulfúrico o bien sus sales, en la molécula debe ascender de 1 a 4.

25. Por consiguiente, pueden contener grupos sulfónicos o bien sus sales asimismo no sólo el radical difenílico de posición intermedia (en los símbolos X y X') sino también los símbolos R, R', Q, Y e Y', con tal de que sean de naturaleza aromática.

Como substituyentes de los radicales de fenilo, naftilo o difenililo (en la definición de Q, R, R', Y o Y') pueden entrar en consideración, en primer lugar, halógeno,

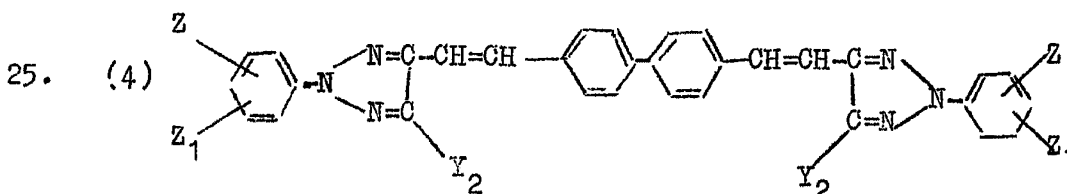
410175

29



en la que

- Z y Z' representan, independientemente entre sí, hidrógeno, los grupos de ácido sulfónico, o bien sus sales alcalinas, alcalino-térreas, amónicas o amínicas, fluor, cloro, bromo alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono o alcoxilo con de 1 a 4 átomos de carbono,
5. Z₁ representa hidrógeno, fluor, cloro, bromo, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono o alcoxilo con de 1 a 4 átomos de carbono,
10. Z₂ representa el grupo de ácido sulfónico o bien sus sales alcalinas, alcalino-térreas, amónicas o amínicas,
- Y₂ representa hidrógeno, cloro, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono o fenilo substituído eventualmente con cloro, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono, alcoxilo con de 1 a 4 átomos de carbono o el grupo de ácido sulfónico o bien sus sales alcalinas, alcalino-térreas, amónicas o amínicas,
15. en donde el número de los grupos de ácido sulfónico o bien de sus sales alcalinas, alcalino-térreas, amónicas o amínicas en la molécula asciende de 1 a 4 y
- 20.



en la que

Z representa hidrógeno, el grupo de ácido sul-

410175

29



fónico o bien sus sales alcalinas, alcalino-térreas, amónicas o amínicas, fluor, cloro, bromo, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono o alcóxilo con de 1 a 4 átomos de carbono,

5. Z_1 representa hidrógeno, fluor, cloro, bromo, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono o alcóxilo con de 1 a 4 átomos de carbono e

Y_2 representa cloro, hidrógeno, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono, alcóxilo con de 1 a 4 átomos

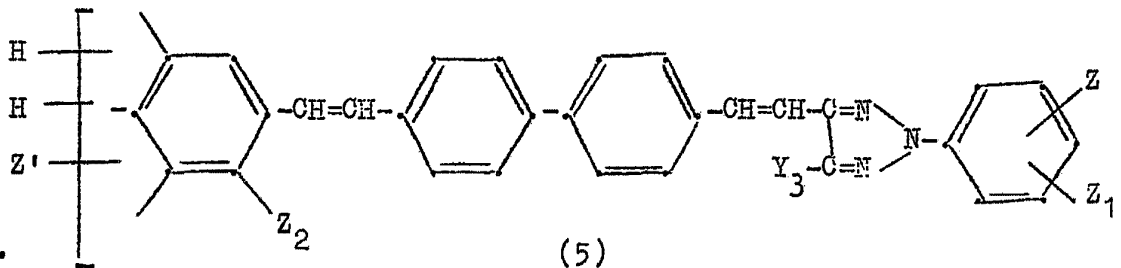
10. de carbono o fenilo eventualmente substituído con cloro, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono, alcóxilo con de 1 a 4 átomos de carbono o el grupo de ácido sulfónico o bien sus sales alcalinas, alcalino-térreas, amónicas o amínicas, en donde el

15. número de los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales alcalinas, alcalino-térreas, amónicas o amínicas asciende en la molécula a 2 ó 4.

De especial interés práctico son los compuestos de

las fórmulas

20.



25.

en la que

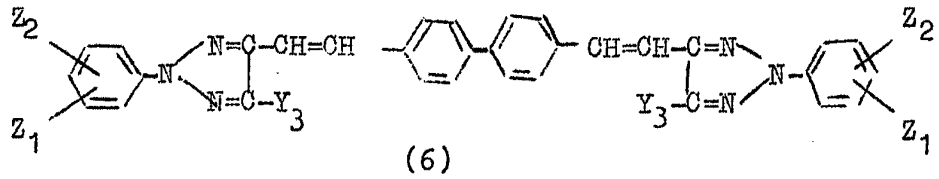
Z, Z', Z_1 y Z_2 tienen la significación indicada e

Y_2 representa hidrógeno o metilo,

410175

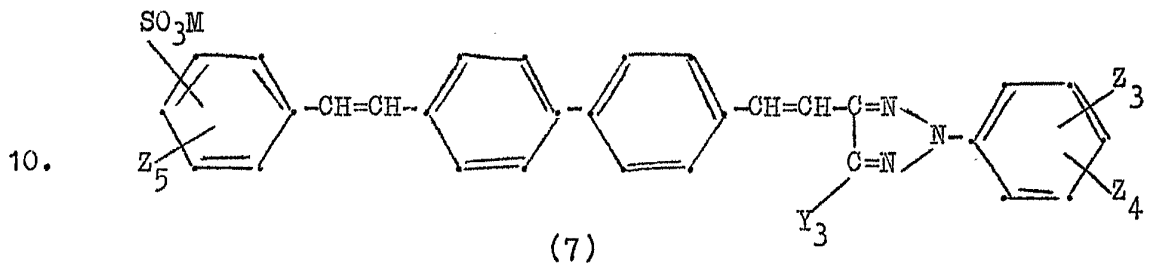


1972



en la que

Z₁, Z₂ e Y₃ tienen la significación indicada,



en la que

Z₃ significa hidrógeno, fluor, cloro, bromo, metilo, etilo o metoxilo,

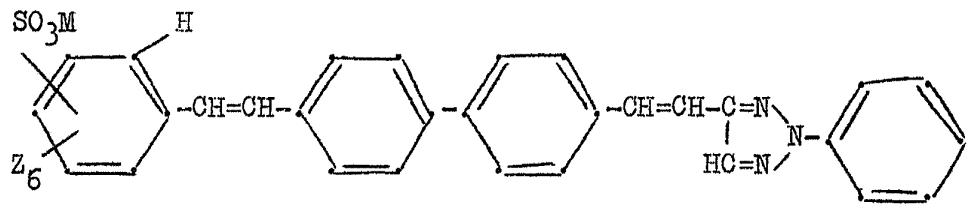
15. Z₄ significa hidrógeno, bromo o metilo,

Z₅ significa hidrógeno, el grupo de ácido sulfónico o bien su sal de sodio o potasio, cloro o metilo,

Y₃ significa hidrógeno o metilo y

M significa hidrógeno, sodio o potasio,

20.



25.

en la que

Z₆ significa hidrógeno o cloro y

M significa hidrógeno, sodio o potasio, y

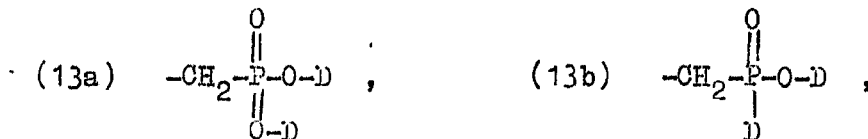
410175



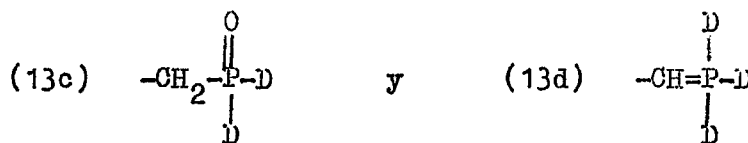
en donde

X, X', Q, Y y R tienen la significación antes indicada y uno de los símbolos A y A₁ significa un grupo $\begin{matrix} H \\ | \\ C \\ | \\ O \end{matrix}$ y el otro una agrupación de la fórmula

5.



10.



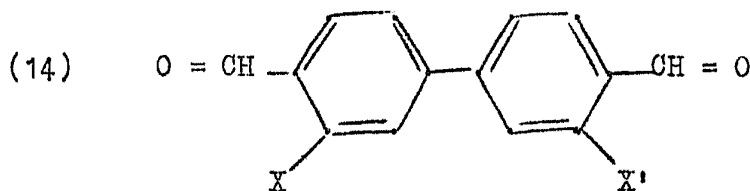
en donde

15.

D representa un radical de alquilo eventualmente substituído ulteriormente, de preferencia uno con hasta 6 átomos de carbono, un radical de arilo de preferencia un radical de fenilo, un radical de cicloalquilo, de preferencia un radical de ciclohexilo o un radical de aralquilo, de preferencia un radical de bencilo.

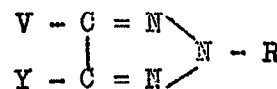
20.

dialdehidos de la fórmula



25.

con compuestos monofuncionales de las fórmulas

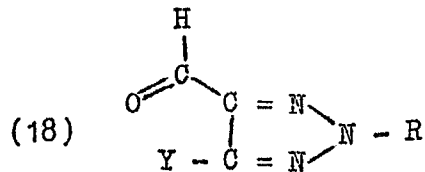
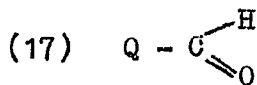


o monoaldehidos de las fórmulas



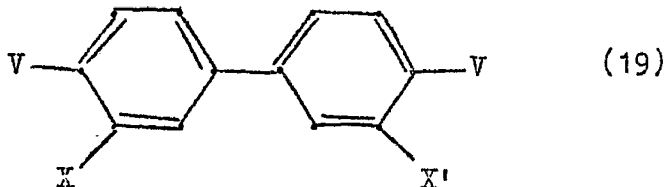
410175

29 01



con compuestos bifuncionales de la fórmula

5.



en donde

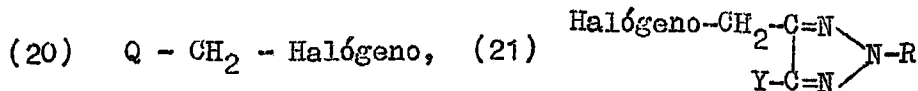
10.

X, X', Q, Y y R tienen la significación indicada y V significa uno de los substituyentes conteniendo fósforo de las fórmulas (13a) a (13d).

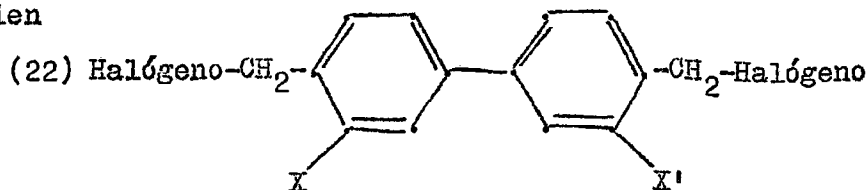
15.

Los compuestos de fósforo de las fórmulas (15), (16) y (19) necesarios aquí como materias de partida se obtienen en forma de por sí conocida al hacer reaccionar compuestos halogenometílicos, de preferencia compuestos de clorometilo o bromometilo de las fórmulas

20.

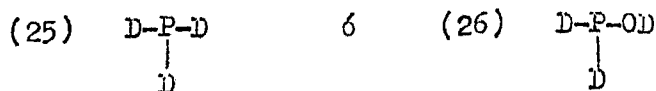


o bien



25.

con compuestos de fósforo de las fórmulas





23 1972

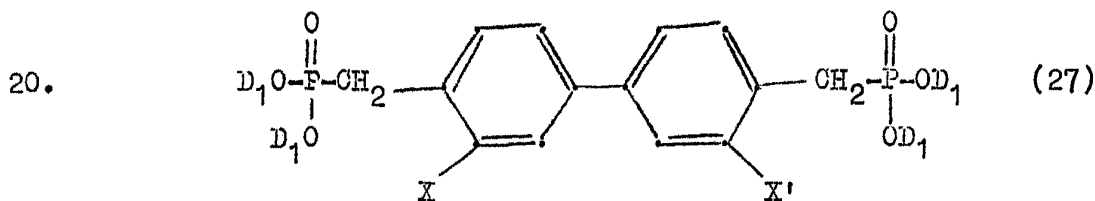
410175

En estas fórmulas D tiene la significación indicada, en donde existen un radical D enlazado al oxígeno de preferencia grupos de alquilo inferior, unos radicales D enlazados directamente a fósforo que de preferencia son por

- 5. el contrario radicales de arilo, como radicales bencénicos. En el compuesto de fósforo de la fórmula (13c) puede también obtenerse mediante reacción de compuestos halogenometílicos, de preferencia compuestos de clorometilo o de bromometilo de las fórmulas (20), (21) ó (22) con p-clorodifenilfosfina y subsiguiente reacción con un alcohol de la fórmula D-OH (la significación D como se ha definido precedentemente), por ejemplo con fenol o bien con agua.
- 10.

Los aldehidos necesarios como materias de partida son conocidos o pueden prepararse según métodos conocidos.

- 15. Una variante de significación en especial práctica consiste en que como componentes difenílicos según la fórmula (10) se utilizan los que corresponden a la fórmula



en la que

- 25. D₁ significa un grupo de alquilo con de 1 a 6 átomos de carbono.

El procedimiento de preparación se realiza ventajosamente en disolventes indiferentes. Como ejemplos de ellos se citan hidrocarburos, como el tolueno y el xileno o alcoholes, como el metanol, el etanol, el isopropanol, el



butanol, los glicoles, los éteres de glicol, como el 2-metoxietanol, los hexanoles, el ciclohexanol y el ciclooctanol, además los éteres, como el éter diisopropílico, el tetrahidrofurano y el dioxano, así como el sulfóxido dimetílico, la formamida y la N-metilpirrolidona. Son en especial apropiados los disolventes orgánicos polares, como la dimetilformamida y el sulfóxido dimetílico. También se puede realizar algunas de las reacciones en solución acuosa.

La temperatura, en la que se realiza la reacción, puede oscilar dentro de amplios límites. Se determina

10. alfa) por la estabilidad del disolvente utilizado frente a los participantes en la reacción, en especial frente a los compuestos alcalinos fuertemente básicos,

beta) por la reactividad de los participantes en la condensación y

15. gamma) por la actividad de la combinación disolvente-base en calidad de agente de condensación.

En la práctica pueden entrar en consideración según ello en general temperaturas entre unos 10 y 100°C, en especial cuando se utilizan dimetilformamida o sulfóxido dimetílico en calidad de disolventes. La zona ventajosa de temperatura se encuentra de 20 a 60°C, Sin embargo pueden utilizarse bajo circunstancias asimismo temperaturas más elevadas, cuando se desea una economía de tiempo o se utiliza un agente de condensación menos activo para ello pero más barato:

20. adicionalmente son posibles asimismo temperaturas de reacción en el intervalo de 10 a 180°C.

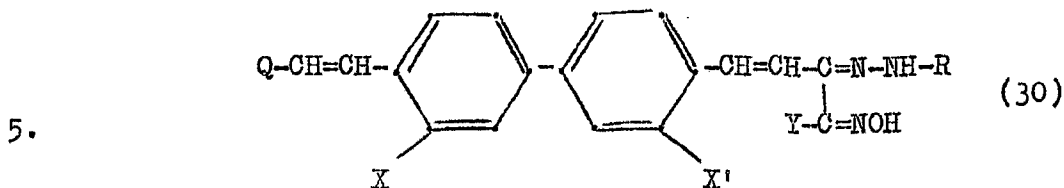
En calidad de compuestos alcalinos fuertemente básicos pueden entrar en consideración sobre todo los hidróxi-

410175

29 Dic 1972



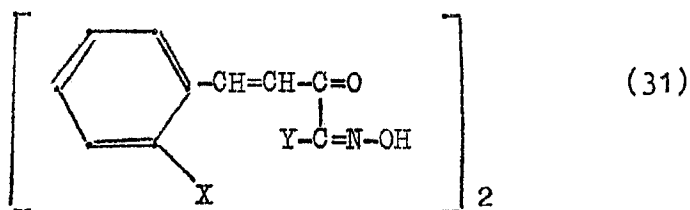
y la oxima-hidrazona obtenida de la fórmula



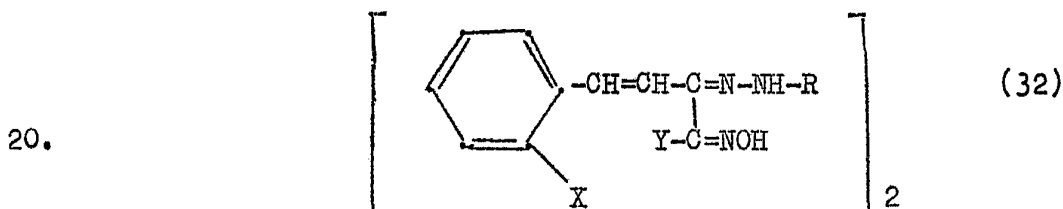
se cicliza a compuesto de la fórmula (1).

Los compuestos simétricos se obtienen en forma correspondiente mediante reacción de un mol de un compuesto de la fórmula

10.



15. con 2 moles de una hidracina de la fórmula (29) y ciclización de la oxima-hidrazona con ello obtenida de la fórmula



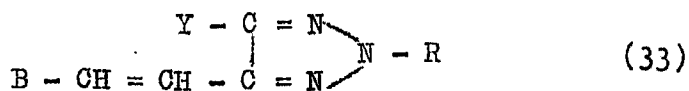
25. La reacción de un compuesto de la fórmula (28) o bien (31) con un compuesto de la fórmula (29) se realiza en general en un disolvente orgánico inerte frente a los participantes en la reacción, como por ejemplo hidrocarburos alifáticos o aromáticos eventualmente halogenados, alcoholes, éteres, glicoles, formamida, dimetilformamida, acetonitrilo, etc. o también en un ácido alcancarboxílico de peso molecular bajo, como ácido acético o ácido propiónico, a

410175



- una temperatura de 10 a 100°C, de preferencia de 30 a 70°C. El cierre de anillo de la oxima-hidrazona que precipita de la fórmula (30) o bien (32) a compuesto de la fórmula (1) se efectua convenientemente mediante un agente deshidratante, por ejemplo anhídridos o haluros de ácidos alcancarboxílicos, como anhídrido de ácido acético, cloruros de ácido propiónico o haluros fosfóricos, como dicloruro de fósforo, pentacloruro de fósforo. Con ello se trabaja en general dentro de una zona de temperatura de 10 a 170°C, de preferencia de 30 a 120°C. La reacción puede realizarse al adicionar haluros de ácido en un disolvente orgánico inerte frente a la oxima-hidrazona y el haluro de ácido, como hidrocarburos eventualmente halogenados, éteres, dimetilformamida, etc. En caso de que en calidad de agente separador de ácido se utilice un anhídrido, la reacción puede realizarse en un exceso del mismo, eventualmente en presencia de otro disolvente. El cierre de anillo a triazol de la fórmula (1) puede realizarse asimismo mediante calentamiento con urea a temperaturas de 100 a 210°C, de preferencia de 120 a 130°C, en donde en general, se utiliza, calculado sobre el peso seco de la hidrazona, de 2 a 20 veces la dosis de urea.

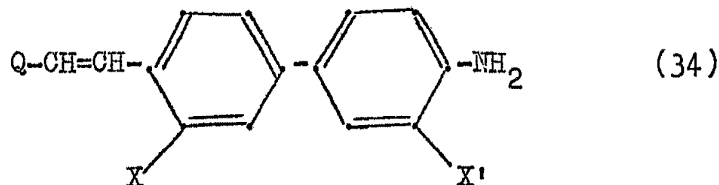
Además, los compuestos de la fórmula (1) y fórmulas subordinadas pueden prepararse según el "Meerwein-Arylierung" (véase R. Adams, Organic Reactions, tomo 11, página 169 (New York 1960)). Para ello se arila un compuesto de la fórmula



en la que B representa un substituyente negativo, como

carboxilo, ciano o un grupo de éster o de anillo de ácido carboxílico eventualmente substituído, mediante la sal de diazonio de una amina de la fórmula

5.



10.

en la que el substituyente B se desdobra simultánea o posteriormente.

15.

Esta arilación se realiza en general en fase acuosa o acuoso-orgánica, como agua-acetona, agua-metanol, agua-etanol, etc., a temperaturas de -10 a 60°C, de preferencia de 20 a 40°C y en presencia de sales de cobre, eventualmente en presencia de un tampón que actua en zona ácida, por ejemplo ácido acético-acetato sódico, fosfato monosódico, tartrato monosódico, etc.

20.

Los nuevos compuestos antes definidos son incoloros hasta a lo sumo débilmente teñidos y en estados disuelto o finamente dividido muestran una fluorescencia más o menos clara. Pueden utilizarse para el aclarado de materiales orgánicos sintéticos, semisintéticos o naturales de diversa índole, o substancias, que contienen tales materiales orgánicos.

25.

Se citan aquí por ejemplo, sin que exprese ello ninguna limitación el resumen siguiente :

I. Materiales orgánicos sintéticos de peso molecular elevado :

a) Productos de polimerización a base de compuestos orgá-

410175 29



- nicos que contiene por lo menos un doble enlace carbono - carbono polimerizado, es decir sus homopolímeros o copolímeros, así como sus productos de post-tratamiento, como por ejemplo productos de reticulación, injerto o síntesis,
5. desechos de polimerizado o productos obtenidos por modificación de grupos aptos para reacción, por ejemplo polimerizados a base de ácidos carboxílicos, alfa,beta-insaturados o derivados de tales ácidos carboxílicos, en especial de compuestos acrílicos (como por ejemplo ésteres acrílicos,
10. ácido acrílico, acrilonitrilo, acrilamidas y sus derivados o sus análogos a metacrilo), de olefina-hidrocarburos (como por ejemplo etileno, propileno, estireno o dieno, además los polimerizados llamadas ABS), polimerizados a base de compuestos vinílicos o vinilidénicos (como
15. por ejemplo cloruro de vinilo, alcohol vinílico, cloruro de vinilideno).
- b) Productos de polimerización que son obtenibles por abertura de anillo, por ejemplo poliamidas de tipo poliacrolactama, además polímeros, que son obtenibles no sólo
20. por poliadición sino también policondensación, como poliéter o poliacetato.
- c) Productos de policondensación o precondensados a base de compuestos bifuncionales o polifuncionales con grupos aptos para reacción, cuyos productos de homocondensación o condensación mixta, así como los productos del post-
25. tratamiento, como por ejemplo poliéster, en especial poliésteres saturados (por ejemplo poliéster de ácido etilenglicoltereftálico) o insaturado (por ejemplo policondensados de ácido maleico-dialcohol así como sus produc -

410175

29 DIC 1952



- tos de reticulación con monómeros vinílicos polimeriza -
bles), no ramificados así como ramificados (también a
base de alcoholes de valencia elevada, como por ejemplo
resinas alquídicas), poliamidas (por ejemplo adipato de
5. hexametilendiamina), resinas de maleinato, resinas de me-
lamina, sus precondensados y análogos, policarbonatos,
silicatos.
- d) Productos de poliadición, como poliuretano (reticula-
do y no reticulado), resinas epoxídicas.
10. II. Materiales orgánicos semi-sintéticos, por ejemplo
ésteres de celulosa de diferentes grados de esterifica -
ción (llamados 2 $\frac{1}{2}$ -acetato, triacetato) o éteres de celj -
losa, celulosa regenerada (viscosa, celulosa cuproamonia-
cal) o sus productos de post-tratamiento, caseina-materia
15. sintética.
- III. Materiales orgánicos naturales de origen animal o ve-
getal, por ejemplo a base de celulosa o proteínas, como
algodón, lana, lino, cera, gomalaca natural, almidón, ca -
seina.
20. Los materiales orgánicos a aclarar ópticamente
pueden pertenecer a los más diversos estados de elaboración
(materia prima, productos semi-fabricados o productos aca-
bados). Por otra parte, pueden hallarse en forma de los más
diversos artículos moldeados, o sea, por ejemplo, en for-
25. ma de cuerpos de extensión predominantemente tridimensio-
nal, como placas, perfiles, piezas de fundición inyecta -
da, piezas de trabajo más diversas, recortes, granulados
o materias de espuma, además como cuerpos de configuración
predominantemente bidimensional, como películas, láminas,



410175

barnices, recubrimientos, impregnaciones y revestimientos o como cuerpos de configuración predominantemente unidimensional, como hilos, fibras, copos y alambres. Por otra parte, dichos materiales, aún en estados no moldeados,

5. pueden hallarse en las más diversas formas de división homogéneas o no homogéneas, como por ejemplo en forma de polvos, de soluciones, de emulsiones, de dispersiones, de látices, de pastas o de ceras.

10. Los materiales fibrosos pueden hallarse, por ejemplo, en forma de filamentos sin fin (estirados o sin estirar) fibras de hebra, copos, fibras de extrusión, filamentos textiles, hilos, hilos torcidos, vellones de fibra, fieltros, guatas y artículos de floculación o como tejidos textiles o vendajes textiles, tejidos de punto y asimismo
15. como papel, cartones o pastas para papel.

- Los compuestos utilizables según este invento tienen también importancia para el tratamiento de materiales orgánicos textiles, en especial los tejidos textiles. Siempre que se han de aclarar ópticamente según este invento
20. fibras, que pueden presentarse como fibras de hebra o fibras sin fin en forma de barras, tejidos, tejidos de punto, vellones, substratos flocados o vendajes, ello se realiza con ventaja en medio acuoso en el que los compuestos respectivos se hallen en forma finamente dividida (de suspensiones, de las llamadas microdispersiones o, eventualmente
25. soluciones). A veces pueden añadirse para el tratamiento agentes dispersantes, estabilizantes, humectantes y otros agentes auxiliares.

En dependencia del tipo de compuesto aclarador uti

410175



- lizado puede mostrarse como ventajoso trabajar en baño neutro o alcalino o bien ácido. El tratamiento se realiza usualmente a temperaturas de unos 20 a 140°C, por ejemplo a la temperatura de ebullición del baño o en su proximidad (unos 90°C). Para la refinación según la invención de substratos textiles pueden entrar en consideración asimismo soluciones o emulsiones en disolventes orgánicos, como aquellas que son prácticas en la tintorería en la llamada tintorería en solución (aplicación de termofijación y fular, procedimiento de teñido por extracción en máquinas teñidoras).
- 5.
- 10.

- Los nuevos aclaradores ópticos según la presente invención pueden además añadirse o incorporarse a los materiales antes o durante su modelación. Así, por ejemplo, en la preparación de películas, láminas (por ejemplo en el laminado de cloruro de polivinilo caliente) o cuerpos moldeados pueden añadirse a la masa de prensa o a la masa de colada por inyección. Siempre que se efectue la conformación de materiales orgánicos totalmente sintéticos o semi-sintéticos por procedimiento de hilatura o bien en la masa de hilatura, los aclaradores ópticos según el presente procedimiento pueden aplicarse :
- 15.
- 20.

- adición a las sustancias de partida (por ejemplo monómeros) o productos intermedios (por ejemplo precondensados, prepolímeros), es decir antes o durante la polimerización, policondensación o poliadición,
 - espolvoreado sobre recortes de polímero granulados para masas de hilatura
 - tinción en baño de recortes de polímero o gra-
- 25.

410175



10. 1972

mulados para masas de hilatura,

- adición dosificada a masas fundidas de hilatura o soluciones de hilatura,

5. - aplicación a cables de hilatura antes del estirado.

Los nuevos aclaradores ópticos según la presente invención pueden utilizarse asimismo en las siguientes formas de aplicación :

10. a) Mezclas con los colorantes (matizado) o pigmentos (pigmentos de color o en especial por ejemplo pigmentos blancos) o como adición a baños tintóreos, pastas de estampar, pastas de mordentar o pastas de reserva. Además para el tratamiento ulterior de tinturas, estampados o estampados mordentados.
15. b) En mezclas con los llamados "carriers", con humectantes, ablandadores, pinchantes, antioxidantes, agentes protectores contra la luz, estabilizadores térmicos, blanqueadores químicos (blanqueo al cloro, aditivos de baños de blanqueo).
20. c) En mezcla con reticuladores, aprestantes (por ejemplo almidón o aprestantes sintéticos) así como en combinación con los procedimientos de acabado textil más diferentes, en especial aprestados de resina sintética (por ejemplo aprestados inarrugables como "wash-and-wear", "permanent-press", "no-iron"), además aprestos ignífugos de suavidad al tacto, de desprendimientos de la suciedad ("anti-soiling") o antiestáticos o aprestos antimicrobianos.
25. d) Incorporación del aclarador óptico en materiales po-

410175



1972

- límeros de soporte (productos de polimerización o poliadi-
ción) en forma disuelta o dispersa para aplicación por
ejemplo en agentes de recubrimiento, impregnación o ligan-
tes (soluciones, dispersiones, emulsiones) para textiles,
5. vellones, papel, cuero.
- e) como aditivos para los llamados "master batches",
 - f) como aditivos para los productos industriales más di-
ferentes para hacer a los mismos aptos para la venta (por
ejemplo mejora del aspecto de jabones, detergentes, pig-
10. mentos),
 - g) en combinación con otras sustancias de acción acla-
radora óptica,
 - h) en preparaciones de baños de hilaturas, es decir co-
mo aditivos para baños de hilatura, como se utilizan para
15. mejorar la facultad de deslizamiento para la elaboración
ulterior de fibras de síntesis y en un baño especial an-
tes del estirado de las fibras,
 - i) como escintiladores, para objetos diferentes de arte
fotográfico, como por ejemplo para reproducción electrofo-
20. tográfica o supersensibilización, para el aclarado óptico
de gafas fotográficas, eventualmente en combinación con
pigmentos blancos como por ejemplo TiO_2 .

Si el procedimiento de aclarado se combina con
métodos de tratamiento textil o de refinado, el tratamiento
25. combinado puede efectuarse en muchos casos en forma venta-
josa con ayuda de preparados que tengan la estabilidad
necesaria, los cuales contienen los compuestos que acla-
ran ópticamente en tal concentración, que se alcanza el
efecto de aclarado deseado.

410175

29



- En casos deseados se lleva a acción total el aclarador mediante un post-tratamiento. Este puede representar por ejemplo un tratamiento químico (por ejemplo tratamiento ácido), un tratamiento térmico (por ejemplo calor) o un tratamiento químico/térmico combinado. Si se procede por ejemplo al aclarado óptico de una serie de substratos de fibras, por ejemplo de fibras de poliéster, con los aclaradores según la invención en forma conveniente, de modo que estas fibras se impregnan con las dispersiones acuosas (eventualmente también soluciones) del aclarador a temperaturas por debajo de 75°C, por ejemplo a temperatura ambiente y se somete a un termotratamiento seco a temperaturas por encima de 100°C, se recomienda en general que el material fibroso se seque antes a temperatura normalmente elevada, por ejemplo de por lo menos 60°C a unos 130°C. El tratamiento térmico en estado seco se efectúa luego ventajosamente a temperaturas entre 120 y 255°C, por ejemplo mediante calentamiento en una cámara secadora, mediante planchado en el intervalo de temperatura indicado o también mediante tratamiento con vapor de agua recalentado, seco. El secado y el tratamiento térmico seco pueden realizarse consecutivamente en forma inmediata o se reúnen en una única etapa de trabajo.
5. un tratamiento químico/térmico combinado. Si se procede por ejemplo al aclarado óptico de una serie de substratos de fibras, por ejemplo de fibras de poliéster, con los aclaradores según la invención en forma conveniente, de modo que estas fibras se impregnan con las dispersiones acuosas (eventualmente también soluciones) del aclarador a temperaturas por debajo de 75°C, por ejemplo a temperatura ambiente y se somete a un termotratamiento seco a temperaturas por encima de 100°C, se recomienda en general que el material fibroso se seque antes a temperatura normalmente elevada, por ejemplo de por lo menos 60°C a unos 130°C. El tratamiento térmico en estado seco se efectúa luego ventajosamente a temperaturas entre 120 y 255°C, por ejemplo mediante calentamiento en una cámara secadora, mediante planchado en el intervalo de temperatura indicado o también mediante tratamiento con vapor de agua recalentado, seco. El secado y el tratamiento térmico seco pueden realizarse consecutivamente en forma inmediata o se reúnen en una única etapa de trabajo.
10. temperaturas por debajo de 75°C, por ejemplo a temperatura ambiente y se somete a un termotratamiento seco a temperaturas por encima de 100°C, se recomienda en general que el material fibroso se seque antes a temperatura normalmente elevada, por ejemplo de por lo menos 60°C a unos 130°C. El tratamiento térmico en estado seco se efectúa luego ventajosamente a temperaturas entre 120 y 255°C, por ejemplo mediante calentamiento en una cámara secadora, mediante planchado en el intervalo de temperatura indicado o también mediante tratamiento con vapor de agua recalentado, seco. El secado y el tratamiento térmico seco pueden realizarse consecutivamente en forma inmediata o se reúnen en una única etapa de trabajo.
15. a unos 130°C. El tratamiento térmico en estado seco se efectúa luego ventajosamente a temperaturas entre 120 y 255°C, por ejemplo mediante calentamiento en una cámara secadora, mediante planchado en el intervalo de temperatura indicado o también mediante tratamiento con vapor de agua recalentado, seco. El secado y el tratamiento térmico seco pueden realizarse consecutivamente en forma inmediata o se reúnen en una única etapa de trabajo.
20. temperatura indicado o también mediante tratamiento con vapor de agua recalentado, seco. El secado y el tratamiento térmico seco pueden realizarse consecutivamente en forma inmediata o se reúnen en una única etapa de trabajo.

- La dosis de nuevo aclarador óptico a utilizar según la invención, calculada sobre el material que se aclara ópticamente, puede oscilar en amplios límites. Incluso con dosis muy escasas, en casos deseados, por ejemplo las de 0,0005% en peso, puede alcanzarse un efecto obvio y permanente. Sin embargo también pueden aplicarse
25. según la invención, calculada sobre el material que se aclara ópticamente, puede oscilar en amplios límites. Incluso con dosis muy escasas, en casos deseados, por ejemplo las de 0,0005% en peso, puede alcanzarse un efecto obvio y permanente. Sin embargo también pueden aplicarse

410175



C. 1972

dosis de aproximadamente 0,8% en peso y eventualmente hasta aproximadamente 2% en peso. Para la mayoría de consideraciones prácticas son de interés de preferencia las dosis entre 0,005 y 0,5% en peso.

5. Los nuevos aclaradores ópticos son apropiados así mismo en especial como aditivos para baños de lavado o para detergentes industriales y domésticos, en donde se pueden adicionar en forma diferentes. Para baños de lavado se adiciona convenientemente en forma de sus soluciones en agua
10. o disolventes orgánicos o también en forma finamente dividida como dispersiones acuosas. Para detergentes domésticos o industriales se adicionan ventajosamente en cualquier fase del proceso de preparación del detergente, por ejemplo la llamada "lechada" antes de la pulverización del polvo de lavado o en la pre-elaboración de las combinaciones de detergentes líquidos. La adición puede efectuarse no sólo en forma de una solución o dispersión en agua u otro disolvente, sino también sin agentes auxiliares como polvo aclarador seco. El aclarador puede mezclarse, amasarse o molerse
15. por ejemplo con las sustancias activas de lavado y mezclarse así al polvo de lavado acabado. Sin embargo también pueden disolverse o rociarse previamente dispersos sobre el detergente acabado.
20. Como detergentes pueden entrar en consideración las mezclas conocidas de sustancias activas para lavado, por ejemplo jabón, en forma de recortes y polvo, sintéticos, sales solubles de semi-ésteres de ácido sulfónico de alcoholes grasos o superiores, ácidos arilsulfónicos superiores y/o substituidos en forma alquílica varias veces, és-
- 25.

410175



1972

- terres de ácido sulfocarboxílico de alcoholes desde medianos hasta superiores, acilaminoalquilsulfonatos o aminoarilglicerilsulfonatos de ácido graso, ésteres de ácido fosfórico de alcoholes grasos, etc. Como materias de síntesis, llamadas "Builders", pueden entrar en consideración por ejemplo, los polifosfatos y polimetafosfatos alcalinos, pirofosfatos alcalinos, sales alcalinas de carboximetilcelulosa y otros inhibidores de reposición de suciedad, además silicatos alcalinos, carbonatos alcalinos, boratos alcalinos, perboratos alcalinos, ácido nitrilotriacético, ácido etilendiaminotetraacético, estabilizadores de espuma, como alcanolamidas de ácidos grasos superiores. Además pueden comprender los detergentes por ejemplo :
5. agentes antiestáticos, agentes protectores de la piel por engrase, como lanolina, enzimas, antimicrobianos, perfumes y colorantes.
- 10.
- 15.

Los aclaradores según la invención pueden utilizarse en los detergentes asimismo junto con otros aclaradores, en especial los que son derivados del ácido 4,4'-diamino-stilben-2,2'-disulfónico, de la 1,3-difenilpirazolina, del estilbil-4-naftotriazol, del 4,4'-diestiril-bifenilo, del 1,4-diestirilbenceno, de la cumarina o del naftoestirililo.

20.

Los nuevos aclaradores ópticos tienen la ventaja especial de que son activos en presencia de dispensadores de cloro activo, como por ejemplo hipoclorito y pueden utilizarse sin esencialmente pérdida de los efectos en baños de lavado con detergentes no ionógenos, por ejemplo éteres alquilfenolpoliglicólicos.

25.

410175



29 575 1972

Los compuestos según la invención se adicionan en dosis de 0,001 a 2%, de preferencia de 0,005 a 1%, calculada sobre el peso del detergente acabado líquido o en forma de polvo. Los baños de lavado, que contienen la dosis indicada del aclarador óptico considerado, prestan un aspecto brillante a la luz diurna en el lavado de textiles de fibras de celulosa, fibras de poliamida, fibras de celulosa altamente refinadas, fibras de poliéster, lana, seda.

10. El tratamiento de lavado se realiza por ejemplo como sigue :

Los textiles indicados se tratan durante 1 a 30 minutos de 20 a 100°C en un baño de lavado que contiene de 1 a 10 g/kl de un detergente compuesto, sintetizado y 0,05 a 1% del aclarador reivindicado, calculado sobre el peso del detergente. La proporción de baño puede ascender de 1:3 a 1:50. Después del lavado se enjuaga y seca como es usual. El baño de lavado puede contener como sustancia de blanqueo 0,2 g/l de cloro activo (por ejemplo como hipoclorito) o de 0,1 a 2 g/l de perborato sódico.

Dentro del ámbito de la presente invención es también posible sin más -según las exigencias de aplicación técnicas especiales- adicionar los nuevos compuestos descritos en mezcla con los componentes correspondientes sintetizados simétricos obtenibles a partir de la reacción de concurrencia de la preparación para objeto del aclarador óptico. Esto significa, que en la práctica de los aplicadores -según el objeto de utilización- pueden también renunciarse a una separación de los productos de reacción

410175



concurrentes. Eventualmente puede separarse el compuesto simétrico insoluble en agua, mientras que los compuestos acuosolubles se utilizan en mezcla para el objeto del aclarado óptico.

5. Eventualmente con objeto de disminuir la parte del compuesto simétrico insoluble en agua en la mezcla de reacción la reacción puede conducirse de forma que por equiva - lente molar del componente reaccional bifuncional utilizado se empleen en total aproximadamente dos equivalentes mo -
10. lares de componente reaccional monofuncional, con lo que la proporción del componente conteniendo grupos sulfónicos al componente exento de grupos sulfónicos puede alcanzar aproximadamente en proporción molar entre 1:1 y 10:1.

Ejemplo 1

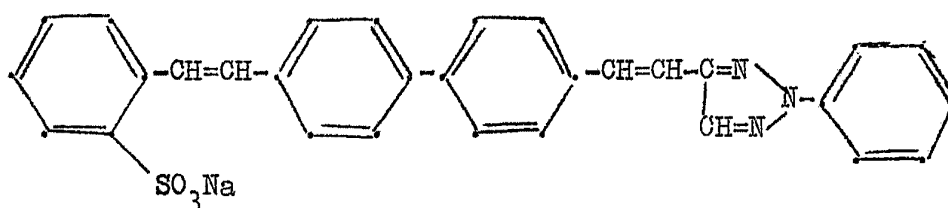
15. 41,0 g de 4,4'-bis-(dimetoxifosfonometil)-difeni - lo, 22,2 g de sal sódica del ácido benzaldehído-2-sulfónico (con un contenido que corresponde a 83,8% de ácido sulfó - nico) y 18,0 g de 2-fenil-1,2,3-triazol-4-aldehído se di -
20. suelven en 200 cc de dimetilformamida exenta de agua a 40°C bajo agitación y bajo exclusión del aire por nitróge - no. 14,4 g de metilato de sodio (contenido: 97,8%) se in - troducen en forma de porciones en el curso de 10 minutos, con lo que se procura con refrigeración eventual mediante agua helada, que la temperatura no rebase 45°C. Todavía
25. se agita durante 4 horas a 40-45°C, la mezcla de reacción se trata con 400 cc de agua desalinizada, se calienta has - ta ebullición y se filtra por un filtro al vacío por pre - sión. El filtrado claro se enfría a unos 5°C, el producto separado por cristalización se aísla mediante filtración

410175



y recristaliza en una mezcla de 150 cc de agua desalinizada y 150 cc de dimetilformamida. Tras el socado bajo vacio a 100-110°C, el producto se hierve a reflujo durante 10 minutos en 200 cc de clorobenceno y se filtra por filtro de vacio a presión caliente. El residuo del filtro se suspende en aproximadamente 100 cc de metanol, se filtra al vacio, se lava con metanol y se seca bajo vacio a 100 - 110°C. Se obtienen unos 4,8 g del compuesto de la fórmula

10.



(35)

15.

aspecto: polvo amarillo pálido.

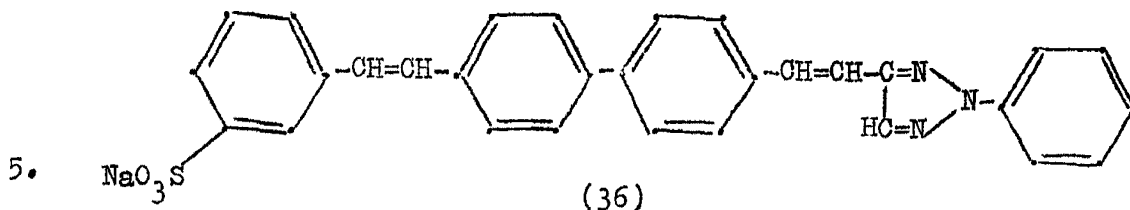
Para la preparación del compuesto de la fórmula (35) puede utilizarse con resultados igualmente buenos en lugar del 4,4'-bis-(dimetoxifosfonometil)-difenilo utilizado asimismo la dosis equivalente de 4,4'-bis-(dietoxifosfonometil)-dimetilo. Asimismo se puede utilizar en lugar de metilato de sodio en calidad de agente de condensación alcalino, hidróxido potásico o sódico. Por último puede utilizarse en lugar de dimetilformamida, asimismo sulfóxido dimetílico en calidad de disolvente.

25.

Si se utiliza en lugar de 22,2 g de sal de sodio del ácido benzaldehído-2-sulfónico, 26,0 g de sal de sodio del ácido 2-cloro-benzaldehído-5-sulfónico (contenido 93,2%), se obtiene 10,6 g del compuesto de la fórmula



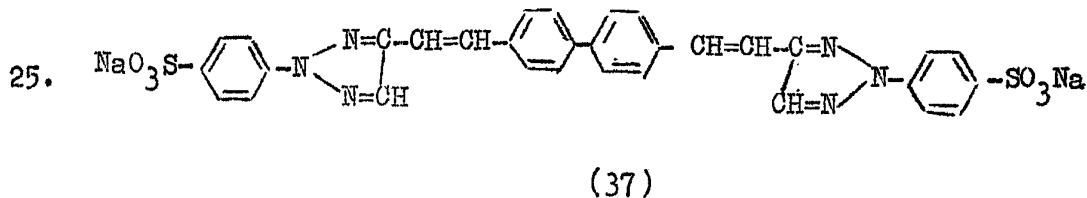
410175



como polvo amarillo claro.

Ejemplo 2

10. 15,1 g del ácido 2-fenil-1,2,3-triazol-4-aldehido-sulfónico, sal sódica y 10,2 g de 4,4'-bis-(dimetoxifosfonometil)-difenilo se disuelven bajo agitación y bajo expulsión del aire mediante nitrógeno en 200 cc de sulfóxido de dimetilo. En el término de 5 minutos se introducen 3,6 g de metilato de sodio (contenido: 98,4%) en donde se procura mediante refrigeración ocasional con agua helada que la temperatura no rebase 45°C. Se agita todavía durante 4 horas a 40-45°C, la mezcla de reacción se enfría a 20°C, el producto separado por cristalización se aísla mediante filtración y recristaliza en una mezcla de 900 partes de dimetilformamida y 450 cc de agua desalinizada. Tras el secado bajo vacío a 100-110°C se obtienen aproximadamente 2,8 g del compuesto de la fórmula
- 15.
- 20.

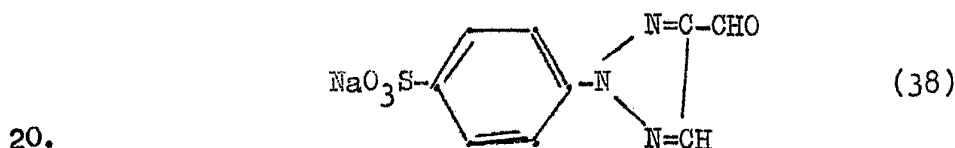


410175

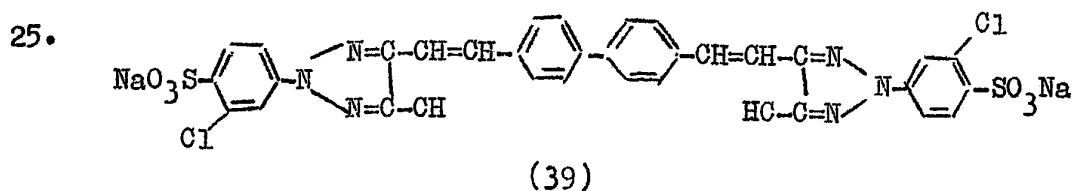


polvo amarillo pálido.

- El ácido 2-fenil-1,2,3-triazol-4-aldehído-sulfónico utilizado, sal sódica, puede obtenerse como sigue: en 160 g de oleum de 10% de contenido de SO₃ se introducen en forma de porciones en el término de 25 minutos, bajo agitación y a temperatura ambiente, 34,6 g de 2-fenil-1,2,3-triazol-4-aldehído. La solución pardo oscura se agita todavía durante 23 horas a temperatura ambiente y se reparte cuidadosamente sobre 1 kg. de hielo. Una ligera turbidez en la solución originada se elimina mediante filtración. El filtrado claro se calienta a 50°C, se adiciona 200 g de sal común y se enfria a unos 10°C, el producto separado por cristalización se filtra al vacío y se lava primero con dos litros de una solución de 200 g de sal común por litro de agua desalinizada y luego con un litro de alcohol. Tras el secado a 100-110°C bajo vacío se obtiene aproximadamente 37,5 g del compuesto de la fórmula



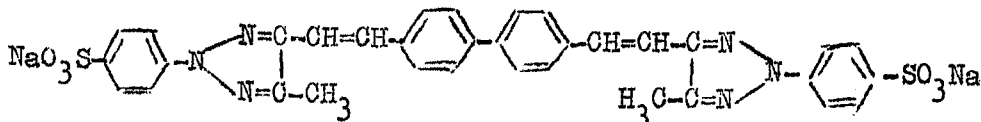
En forma análoga que el compuesto de la fórmula (37) se obtienen los compuestos de las fórmulas



410175



y



(40)

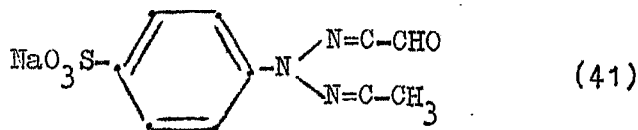
5.

La sal sódica del 5-metil-2-(4-sulfonil)-1,2,3-triazol-4-aldehído utilizado puede obtenerse como sigue:

7,5 g de 5-metil-2-fenil-1,2,3-triazol-4-aidehído

- 10. se introducen bajo agitación y en el término de 20 minutos en 40 cc de oleum de 25% de contenido de SO₃, en donde se procura mediante refrigeración con agua helada, que la temperatura no rebase 40°C. La solución parda se agita todavía durante 4 horas a temperatura ambiente y luego se
- 15. reparte sobre 300 g de hielo. La totalidad se calienta hasta ebullición y se adiciona 30 g de sal común, con lo que precipita el producto. Tras el enfriado se filtra por succión el producto separado por cristalización, se agita con 300 cc de una solución de sal común, que se obtuvo mediante
- 20. solución de 200 g de sal común en un litro de agua desalinizada, se neutraliza con un poco de lejía de sosa al 30%, se filtra por succión, se lava con la misma solución de sal común y se seca bajo vacío a 100-110°C. Así se obtiene 12,2 g del compuesto de la fórmula

25.



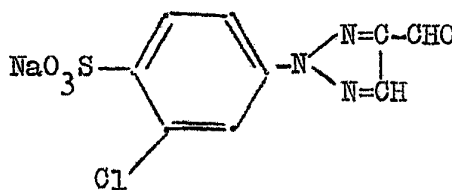
410175



que puede liberarse mediante cristalización en agua de un poco de la sal común mezclada con él.

La sal sódica del 2-(3-cloro-sulfofenil)-1,2,3-triazol-4-aldehído utilizada puede obtenerse como sigue:

- 5. 8,3 g de 2-(3-clorofenil)-1,2,3-triazol-4-aldehído se introducen en el término de 15 minutos en 40 cc de oleum de 25% de contenido de SO₃, con lo que la temperatura se eleva a 32°C. La mezcla de reacción se agita unas 22 horas a temperatura ambiente y 5 horas a 50-55°C. Tras el enfriado a temperatura ambiente se reparte la solución pardo rojiza sobre 250 g de hielo, la solución originada se calienta hasta ebullición, se trata con 50 g de sal común y se deja separar por cristalización. El producto separado por cristalización se filtra por succión, se agita con 300 cc de una solución de 300 g de cloruro de sodio en un litro de agua desalinizada, se neutraliza con un poco de lejía de sosa al 30%, se filtra por succión, se lava con 300 cc de la solución de cloruro sódico citada y con 100 cc de alcohol y se seca bajo vacío a 100-110°C. Se obtiene 9,0 g del compuesto de la fórmula



25.

(42)

410175



que mediante recristalización en agua puede liberarse de un poco de sal común mezclada con él.

Ejemplo 3

En forma análoga a la descrita en el ejemplo 1,

5. pueden prepararse los compuestos siguientes de la fórmula

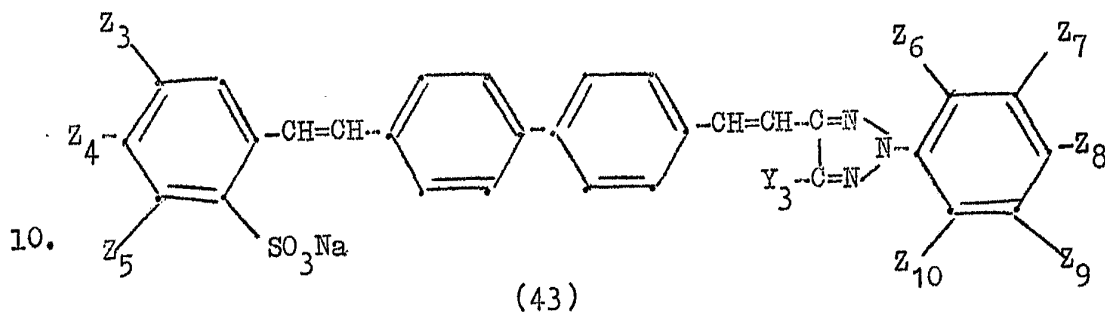


TABLA I

15.	Compuesto núm.	Y ₃	Z ₃	Z ₄	Z ₅	Z ₆	Z ₇	Z ₈	Z ₉	Z ₁₀
	(44)	-CH ₃	-H	-H	-H	-H	-H	-H	-H	-H
	(45)	-H	-H	-H	-H	-H	-Cl	-H	-H	-H
	(46)	-H	-H	-H	-H	-H	-H	-CH ₃	-H	-H
	(47)	-H	-Cl	-H	-H	-H	-H	-H	-H	-H
20.	(48)	-H	-H	-Cl	-H	-H	-H	-H	-H	-H
	(49)	-H	-H	-H	-H	-H	-H	-H	-CH ₃	-H
	(50)	-H	-H	-H	-H	-H	-OCH ₃	-H	-H	-H
	(51)	-H	-H	-H	-H	-H	-F	-H	-H	-H
	(52)	-H	-H	-H	-H	-H	-H	-F	-H	-H
25.	(53)	-H	-H	-H	-H	-H	-H	-Cl	-H	-H
	(54)	-H	-H	-H	-H	-H	-CH ₃	-Cl	-H	-H
	(55)	-H	-H	-H	-H	-H	-Br	-H	-H	-H
	(56)	-H	-H	-H	-H	-H	-H	-Br	-H	-H

410175

29



TABLA I (cont.)

Compuesto núm.	Y ₃	Z ₃	Z ₄	Z ₅	Z ₆	Z ₇	Z ₈	Z ₉	Z ₁₀
5. (57)	H	H	H	H	H	Br	Br	H	H
(58)	H	H	H	H	CH ₃	H	Br	H	H
(59)	H	H	H	H	H	-CH ₃	Br	H	H
(60)	H	H	H	H	H	H	-C ₂ H ₅	H	H
(61)	H	H	H	H	H	-CH ₃	CH ₃	H	H
(62)	H	H	H	H	H	Cl	Br	H	H
10. (63)	H	H	SO ₃ Na	H	H	H	H	H	H
(64)	H	H	H	H	CH ₃	H	H	CH ₃	H
(65)	CH ₃	H	H	H	H	H	Br	H	H

Ejemplo 4

15. Tela de algodón blanqueada se lava en un baño calentado a 50°C durante 15 minutos en una proporción de baño de 1:20, que contiene por litro los aditivos siguientes:

0,004 a 0,016 g del aclarador de la fórmula (35)

0,25 g de cloro activo (agua de Javel)

20. 4 g de polvo de lavar de la composición siguiente:

15,00% de bencensulfonato dodecílico

10,00% de sulfonato laurílico de sodio

40,00% de tripolifosfato de sodio

25. 25,75% de sulfato de sodio exento de agua

7,00% de metasilicato de sodio

2,00% de carboximetilcelulosa

0,25% de ácido etilendiamintetraacético.

La tela de algodón se introduce en el baño primero

durante 15 minutos después de la elaboración del baño de lavado calentado a 50°C. Tras el enjuagado y secado el tejido muestra un buen efecto de aclarado de muy buena solidez a los ácidos, a la luz y al cloro.

5. Se alcanza asimismo un efecto aclarador bueno, cuando se realiza el proceso de lavado en igual forma durante 15 minutos a 25°C.

10. El polvo de lavar de la composición arriba indicada puede contener incorporado directamente asimismo el aclarador.

Si se utiliza en lugar del compuesto de la fórmula (35) un compuesto de las fórmulas (44) a (50), (53), (60), (61) ó (64), se obtiene efectos muy similares.

Ejemplo 5

15. Se lava durante 15 minutos en un baño calentado a 50°C con una proporción de baño de 1:20 un tejido de poliamida (Perlon-Helanca) cuyo baño contiene por litro la composición siguiente :

20. 0,004 a 0,016 g de uno de los aclaradores de las fórmulas (35), (36), (44) a (50), (53), (60), (61) ó (64)

0,25 g de cloro activo (agua de javel)

4 g de un polvo de lavar de la composición siguiente :

25. 15,00% de bencensulfonato dodecílico
10,00% de sulfonato laurílico de sodio
40,00% de tripolifosfato sódico
25,75% de sulfato de sodio exento de agua
7,00% de metasilicato sódico

410175
29 DIC. 1971



2,00% de carboximetilcelulosa

0,25% de ácido etilendiamintetraacético

5. El tejido de fibra de poliamida se introduce primero durante 15 minutos después de la elaboración del baño de lavado, calentado a 50°C.

Tras el enjuagado y secado el tejido muestra un buen efecto de aclarado, de buena solidez a la luz.

10. Se alcanza asimismo un buen efecto de aclarado cuando el proceso de lavado se realiza en igual forma sin embargo a 25°C.

El polvo de lavado de la composición arriba indicada puede contener incorporado asimismo directamente el aclarador.

Ejemplo 6

15. Un tejido de fibra de poliamida (Perlon) se introduce en un baño de una proporción de baño de 1:40 y a 60°C, que contiene uno de los aclaradores de las fórmulas (35), (37), (39), (40), (44) a (50), (53), (60), (61) ó (64), así como por litro, 1 g de ácido acético al 80% y 0,25 g de un
20. producto de adición de 30 a 35 moles de óxido de etileno en un mol de alcohol estearílico técnico. Se calienta en el término de 30 minutos a temperatura de ebullición y se mantiene a ebullición durante 30 minutos. Tras el enjuagado y secado se obtiene un buen efecto de aclarado.

25. Si se utiliza en lugar del tejido de poliamida-6 uno de poliamida-66 (nylon), se alcanza efectos de aclarado similares.

Por último puede trabajarse bajo condiciones de alta temperatura, por ejemplo durante 30 minutos a 130°C.

Para esta forma de aplicación se recomienda una adición de 3 g/l de hidrosulfito al baño.

Ejemplo 7

- 10,000 g de una poliamida en forma de recortes
5. preparada de modo conocido a partir de adipato de hexametildiamina se mezcla durante 12 horas en un recipiente cilíndrico con 30 g de dióxido de titanio (modificación de rutilo) y 5 g de uno de los compuestos de las fórmulas (35), (36), (37), (39), (40), (44) a (50), (53), (60), (61) ó
10. (64). Los recortes así tratados se funden en una caldera calentada de 300 a 310°C con aceite o vapor de difenilo, tras eliminación del oxígeno del aire por vapor de agua, y se agita durante media hora. La masa fundida se prensa luego bajo una presión de nitrógeno de 5 atmósferas por
15. una tobera de hilatura y el filamento hilado de tal forma y enfriado se bobina en un carrete de hilatura. Los hilos originados muestran un buen efecto de aclarado.

- Si se utiliza en lugar de una poliamida preparada a partir de adipato de hexametildiamina una poliamida
20. preparada a partir de epsilon-caprolactama, se alcanzan resultados similarmente buenos.

Ejemplo 8

- Una tela de algodón blanqueada se lava durante 30 minutos de 60 a 95°C en una proporción de baño de 1:20. El
25. género de lavar contiene por litro los aditivos siguientes :

0,04 g de uno de los aclaradores de las fórmulas (35),
(36), (37), (39), (40), (44) a (50), (53),
(60), (61) ó (64),

410175



872

- 4 g de un polvo de lavar de la composición siguiente :
- 40,0% de jabón en escamas
 - 15,0% de tripolifosfato sódico
 - 5. 8,0% de perborato sódico
 - 1,0% de silicato de magnesio
 - 11,0% de metasilicato de sodio (9 H₂O)
 - 24,6% de sosa, calcinada
 - 0,4% de ácido etilendiamintetraacético.
10. Tras el enjuagado y secado, el tejido de algodón muestra un fuerte efecto de aclarado.

Ejemplo 9

- Tela de lana blanqueada se trata en un baño durante 60 minutos en una proporción de baño de 1:40, que contiene 0,1 a 0,4% de uno de los aclaradores de las fórmulas (35), (44) a (50), (53), (60), (61) ó (64), calculado sobre el peso de la fibra, y 4 g/litro de hidrosulfito. Tras el enjuagado y secado se obtiene un fuerte efecto de aclarador de buena solidez a la luz.
- 15.
20. Se obtiene asimismo un fuerte efecto de aclarado, cuando en lugar de hidrosulfito se adiciona al baño 5% de ácido acético, calculado sobre el peso de la fibra.

Ejemplo 10

- Un tejido de acetato de celulosa se introduce en un baño acuoso a 50°C en una proporción de baño de 1:30 a 1:40, que contiene 0,15% de uno de los compuestos de las fórmulas (35), (44) a (50), (53), (60), (61) ó (64), calculado sobre el género de fibra. La temperatura del baño de tratamiento se lleva de 90 a 95°C y se mantiene a esta tem-
- 25.

410175 29 PA



peratura durante de 30 a 45 minutos. Tras el enjuagado y secado se obtiene un buen efecto de aclarado.

Ejemplo 11

- Un artículo de tela de algodón aprestada exenta de plancha, mediante resina de aminoplasto se lava en una
5. proporción de baño de 1:20 durante 15 minutos en un baño de 40°C, que contiene por litro los siguientes aditivos :
0,004 a 0,016 g de uno de los aclaradores de las fórmulas (35), (44) a (50), (53), (60), (61) ó (64)
10. 4 g de un polvo de lavar de la composición siguiente :
- 15,00 % de bencensulfonato dodocílico
 - 10,00 % de sulfonato laurílico de sodio
 - 40,00 % de tripolifosfato sódico
15. 25,75 % de sulfato sódico exento de agua
7,00% de metasilicato sódico
2,00 % de carboximetilcelulosa
0,25 % de ácido etilendiamintetraacético
- Tras el enjuagado y secado, el tejido muestra a la luz diurna un contenido de blancura más clovado que el ma -
20. terial sin tratar.

Ejemplo 12

- Una tela de algodón blanqueda se introduce en un baño a 20°C en una proporción de 1:25, que contiene (cal -
25. culado sobre el peso de la materia) 0,1 a 0,2 % de uno de los aclaradores de las fórmulas (35), (44) a (50), (53), (60), (61) ó (64). Se calienta en el término de 15 minutos a 50°C y se adiciona luego por litro de baño 5 g de sulfato de sodio cristalizado. Después de otros 15 minutos se enjuaga brevemente el tejido y a continuación se seca.

410175



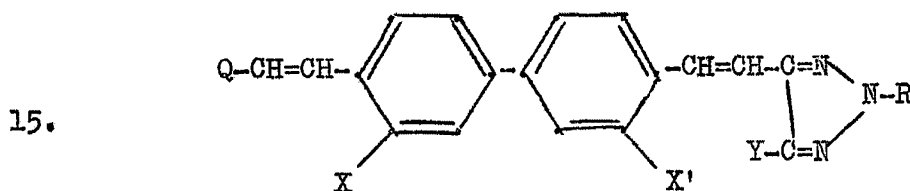
El algodón así tratado muestra un buen efecto de aclarado.

REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patentes suizas números 19171 del 30 de diciembre de 1971 y

5. del 31 de octubre de 1972.

10. 1.- Procedimiento para el aclarado óptico de materiales orgánicos, en especial materiales conteniendo celulosa y poliamidas, caracterizado porque se incorpora a estos materiales o se lleva sobre su superficie compuestos que contienen grupos sulfónicos, de la fórmula

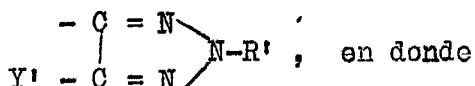


en la que

20. R representa fenilo, naftilo o difenililo eventualmente substituido no-cromóforo,

Y representa hidrógeno, cloro, bromo, alquilo o fenilo, naftilo o difenililo eventualmente substituido, no-cromóforo,

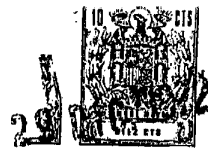
25. Q representa fenilo, naftilo, o difenilo eventualmente substituido, no-cromóforo o un radical



R' significa fenilo, naftilo o difenilo eventualmente substituido, no-cromóforo e



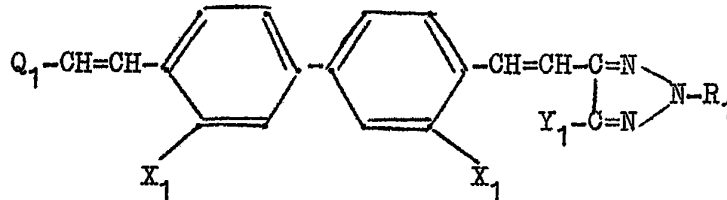
410175



Y' significa hidrógeno, cloro, bromo, alquilo o fenilo, naftilo o difenililo eventualmente substituído no-cromóforo y

5. X y X' representan, independientemente entre sí, hidrógeno, halógeno, alquilo o alcoxilo con de 1 a 4 átomos de carbono o el grupo de ácido sulfónico o bien sus sales, en donde el número de los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales en la molécula debe ascender de 1 a 4.

10. 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se utilizan compuestos de la fórmula



en la que

20. R₁ significa fenilo eventualmente substituído con los grupos de ácido sulfónico y sus sales, halógeno, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono, alcoxilo con 3 ó 4 átomos de carbono o alquilo o benciloxilo eventualmente substituído

25. Y₁ significa hidrógeno, cloro, alquilo con de 1 a 5 átomos de carbono o fenilo, naftilo o difenililo eventualmente substituídos con los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales, halógeno, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono, alqueno-xilo con 3 ó 4 átomos de carbono o con alcoxilo o benciloxilo eventualmente substituído,

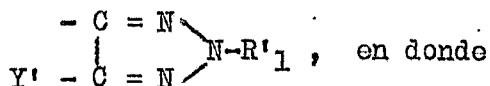
A

410175



DIC. 1972

5. Q_1 significa fenilo eventualmente sustituido con los grupos sulfónicos o bien sus sales, halógeno, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono, alqueniloxilo con 3 ó 4 átomos de carbono o con alcoxilo o benciloxilo eventualmente sustituido o un radical



10. Y'_1 representa hidrógeno, cloro, alquilo con de 1 a 6 átomos de carbono o fenilo, naftilo o difenililo eventualmente sustituido con los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales, halógeno, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono, alqueniloxilo con 3 ó 4 átomos de carbono o con alcoxilo o benciloxilo eventualmente sustituido y

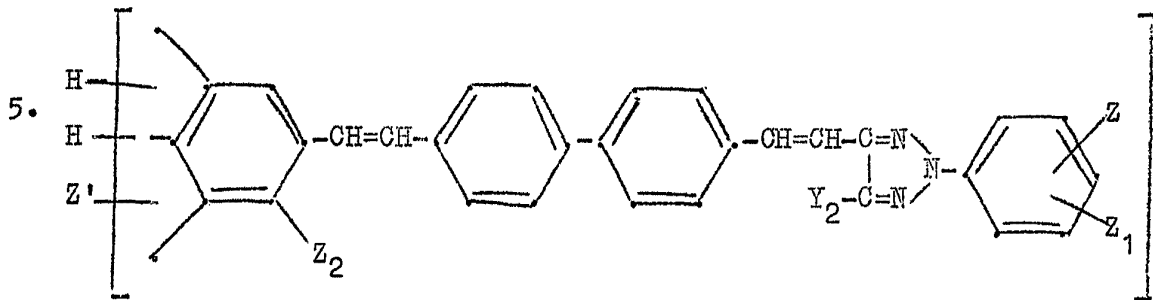
15.

20. R'_1 significa fenilo eventualmente sustituido con los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales, halógeno, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono, alqueniloxilo con 3 ó 4 átomos de carbono o con alcoxilo o benciloxilo eventualmente sustituido y

25. X_1 significa hidrógeno, halógeno, alquilo o alcoxilo con de 1 a 4 átomos de carbono o un grupo de ácido sulfónico o bien sus sales, en donde el número de los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales en la molécula asciende de 1 a 4.

3.- Procedimiento, según la reivindicación 1, ca-

racterizado porque se utilizan compuestos de la fórmula



en la que

10. Z y Z' significan, independientemente entre sí, hidrógeno, los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales alcalinas, alcalino-térreas, amónicas o amínicas, fluor, cloro, bromo, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono o alcoxilo con de 1 a 4 átomos de carbono,
15. Z₁ significa hidrógeno, fluor, cloro, bromo, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono o alcoxilo con de 1 a 4 átomos de carbono,
- Z₂ significa los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales alcalinas, alcalino-térreas, amónicas o amínicas,
20. Y₂ significa hidrógeno, cloro, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono o fenilo eventualmente sustituido con cloro, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono, alcoxilo con de 1 a 4 átomos de carbono o con los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales alcalinas, alcalino-térreas, amónicas o amínicas, en donde el número de los grupos de ácido sulfónico o
- 25.

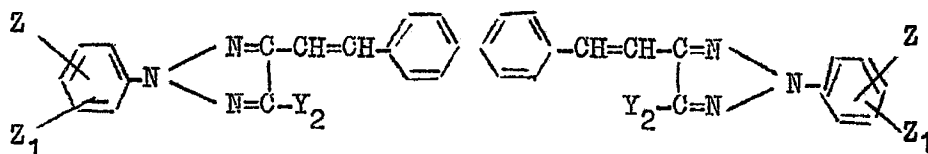
A

410175



bien sus sales alcalinas, alcalino-térreas, amónicas o amínicas en la molécula asciende de 1 a 4.

- 4.- Procedimiento según la reivindicación 1,
- 5. caracterizado porque se utiliza compuestos de la fórmula



10.

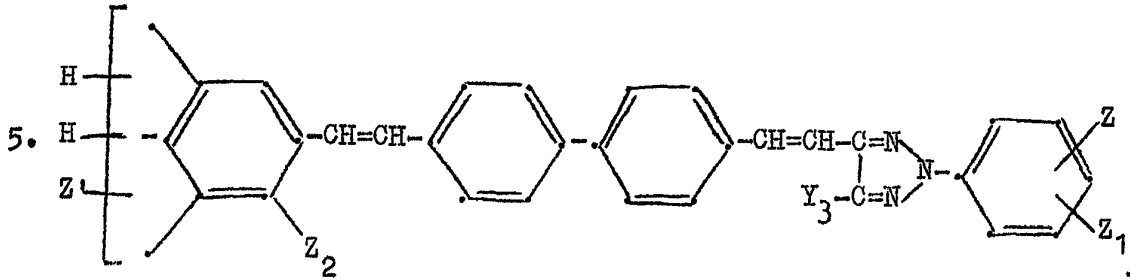
en la que

- 15. Z significa hidrógeno, los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales alcalinas, alcalinotérreas, amónicas o amínicas, fluor, cloro, bromo, alquilo, con de 1 a 4 átomos de carbono o alcoxilo con de 1 a 4 átomos de carbono;
- Z₁ significa hidrógeno, fluor, cloro, bromo, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono o alcoxilo con de 1 a 4 átomos de carbono e
- 20. Y₂ significa hidrógeno, cloro, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono o fenilo eventualmente sustituido con cloro, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono, alcoxilo con de 1 a 4 átomos de carbono o con los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales alcalinas, alcalinotérreas, amónicas o amínicas, en donde el número de los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales alcalinas, alcalinotérreas, amónicas o amínicas en la molécula asciende a 2 ó 4.
- 25.

A



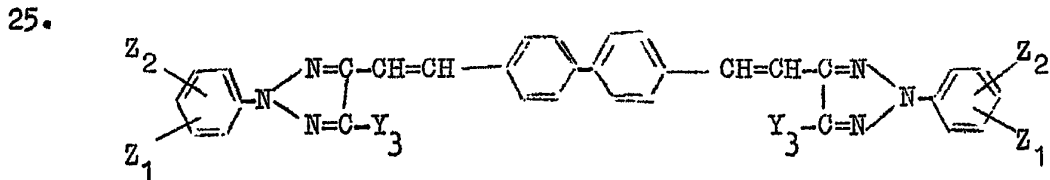
5.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se utilizan compuestos de la fórmula



en la que

- 10. Z y Z' significan, independientemente entre sí, hidrógeno, los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales alcalinas, alcalinotérreas, amónicas o amínicas, fluor, cloro, bromo, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono o alcoxilo con de 1 a 4 átomos de carbono,
- 15. Z₁ significa hidrógeno, fluor, cloro, bromo, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono o alcoxilo con de 1 a 4 átomos de carbono,
- Z₂ significa los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales alcalinas, alcalinotérreas, amónicas o amínicas e
- 20. Y₃ significa hidrógeno o metilo.

6.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza compuestos de la fórmula



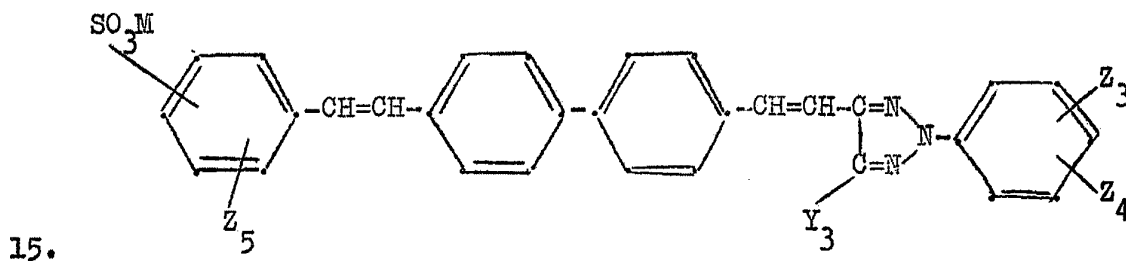
410175



en la que

- Z₁ significa hidrógeno, fluor, cloro, bromo, alquilo con de 1 a 4 átomos de carbono o alcoxilo con de 1 a 4 átomos de carbono,
- 5. Z₂ significa los grupos de ácido sulfónico o bien sus sales alcalinas, alcalino-térreas, amónicas o amínicas o
- Y₃ significa hidrógeno o metilo.

7.- Procedimiento, según la reivindicación 1,
 10. caracterizado porque se utiliza compuestos de la fórmula



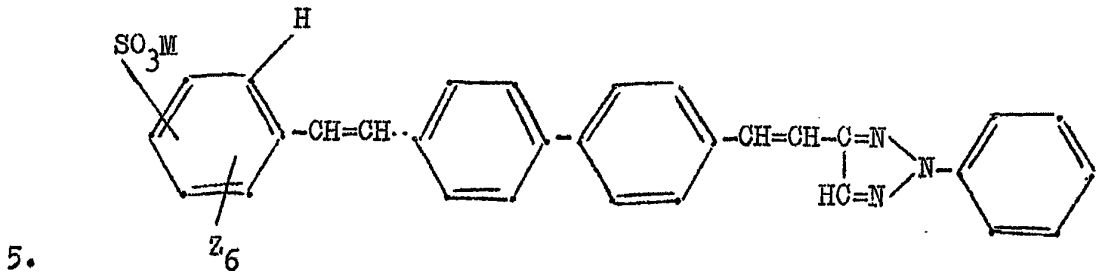
en la que

- Z₃ significa hidrógeno, fluor, cloro, bromo, metilo, etilo o metoxilo,
- Z₄ significa hidrógeno, bromo o metilo,
- 20. Z₃ significa hidrógeno, el grupo de ácido sulfúrico o bien sus sales sódica o potásica, cloro o metilo,
- Y₃ significa hidrógeno o metilo y
- M significa hidrógeno, sodio o potasio.

25. 8.- Procedimiento, según la reivindicación 1,
 caracterizado porque se utiliza compuestos de la fórmula



410175, 29

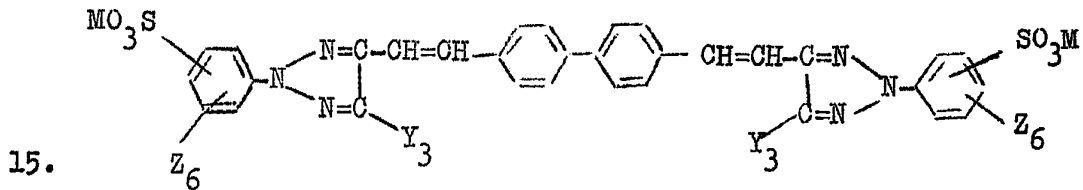


en la que

Z₆ significa hidrógeno o cloro y

M significa hidrógeno, sodio o potasio.

10. 9.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza compuestos de la fórmula



en la que

Z₆ significa hidrógeno o cloro,

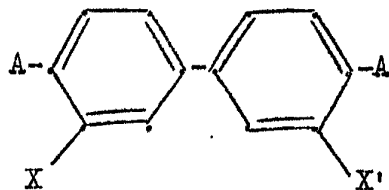
Y₃ significa hidrógeno o metilo y

20. M significa hidrógeno, sodio o potasio.

- 10.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se lleva sobre los materiales a aclarar de 0,0005 a 2%, de preferencia de 0,005 a 0,5% del aclarador - calculado sobre el peso del material a aclarar ópticamente - o bien se incorpora en éste.
- 25.

11.- Procedimiento para la preparación de los compuestos de la fórmula

A,

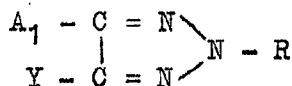


5. con aproximadamente un equivalente molar de un compuesto de la fórmula



y aproximadamente un equivalente molar de un compuesto de la fórmula

10.



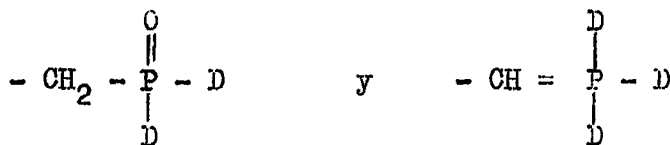
en donde

X, X', Q, Y y R tienen la significación indicada anteriormente y

15.

uno de los símbolos A y A₁ significan un grupo $\begin{array}{c} H \\ \diagup \\ C \\ \diagdown \\ O \end{array}$ y el otro una agrupación de la fórmula

20.



25.

en donde

D representa un radical de alquilo, arilo, cicloalquilo o aralquilo eventualmente substituído ulteriormente, y en donde el producto final según la fórmula indicada al inicio se aísla de

410175



1972

la mezcla reaccional a causa de su solubilidad en agua.

5. 12.- Procedimiento, según la reivindicación 11, caracterizado porque la reacción se efectúa al dejar reaccionar los componentes en presencia de un compuesto alcalino fuertemente básico y en presencia de un disolvente fuertemente polar, de preferencia hidrófilo.

10. 13.- Procedimiento, según la reivindicación 11 ó 12, caracterizado porque en calidad de disolvente fuertemente polar, hidrófilo, se utiliza dimetilformamida o sulfóxido dimetílico y las temperaturas de reacción se encuentran entre 10^o y 100^oC.

14.- Procedimiento para el aclarado óptico de materiales orgánicos.

15. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 50 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 29 DIC. 1972

p.a. JAIME ISERN

p.p.

Firmado: JOSE F. NIETO

MLA.