

ESPAÑA

ES	11	NUMERO	445795	10	A1
22		FECHA DE PRESENTACION	5 MAR. 1976		

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
2849/75	6 Marzo 1975	Suiza
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07D	
64 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE (PIRAZOLINILFENILSULFONIL)-... PIPERACINAS"		
8 FEB. 1977		
71 SOLICITANTE (S)	CONCEDIDA	
CIBA-GEIGY AG		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Basilea (Suiza)		
72 INVENTOR (ES)		
Dr. Eduard Troxler y Dr. Christian Lüthi		
73 TITULAR (ES)		
CIBA-GEIGY AG		
74 REPRESENTANTE		
D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial Propiedad Industrial		

MEMORIA DESCRIPTIVA

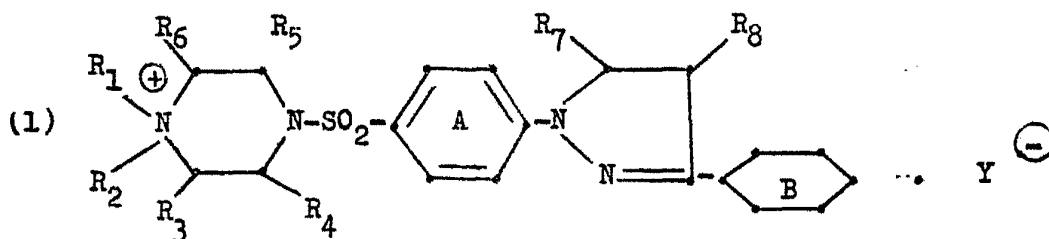
Este invento se refiere a nuevas 1-(pirazolinilfenilsulfonil)-piperacinas cuaternizadas, al procedimiento para prepararlas y a su empleo para la aclaración óptica de materiales orgánicos.

5. En la patente norteamericana 3.598.810 se describen como aclaradores 1-(pirazolinilfenilsulfonil)-piperacinas que no están cuaternizadas. Estos compuestos tienen el inconveniente de no ser aptos para la aclaración a partir de la fase de gel.

10. Ahora se ha descubierto que pueden aclararse materiales orgánicos a partir de la fase de gel con 1-(pirazolinilfenilsulfonil)-piperacinas cuaternizadas.

Objeto de este invento son por tanto nuevas 1-(pirazolinilfenilsulfonil)-piperacinas cuaternizadas, de la fórmula

15.

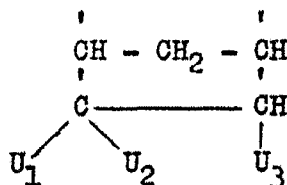


20.

en la que los anillos

A y B pueden presentar sustituyentes no cromóforos y no ionógenos,

5. R_1 significa un radical alquílico o aralquílico, insustituído o sustituido, o bien un radical alquénílico,
- R_2 significa un radical alquílico, arílico o aralquílico insustituído o sustituido,
- R_3, R_4, R_5 y R_6 , independientemente uno de otro, significan cada uno hidrógeno, halógeno o un radical alquílico, cicloalquílico, aralquílico o arílico,
10. R_7 significa hidrógeno, un radical alquílico o fenílico insustituído o un radical fenílico sustituido con cloro, con alquilo o con alcóxilo, o bien junto con R_8 significa un radical de la fórmula
- 15.



20. (donde U_1 representa hidrógeno o ciano; U_2 representa hidrógeno, ciano, carboxilo, carboalcoxilo con 2 a 5 átomos de carbono, carboalcoxilo con 2 a 5 átomos de carbono hidroxilado o carbamilo, o bien
25. junto con U_3 representa un radical bencénico yuxtapuesto; y U_3 representa hidrógeno

- o carboalcoxilo con 2 a 5 átomos de carbono o bien junto con U₂ representa un radical bencénico yuxtacondensado),
5. R₈ significa hidrógeno, alquilo, junto con la posición orto del anillo B un puente etilénico o junto con R₇ el radical indicado antes e
10. Y significa halógeno, un radical de ácido alquilsulfónico, el radical de fenilsulfonato o un radical de fenilsulfonato sustituido por halógeno y/o por alquilo inferior.
15. En calidad de substituyentes no cromóforos y no ionógenos entran en cuenta, por ejemplo, alquilo, sustituido eventualmente con halógeno, con hidroxilo, con alcoxi-
lo, con ciano, con carboalcoxilo, con carbamoílo, con sulfonilo, con sulfamoílo o con arilo; y asimismo alque-
nilo, cicloalquilo, alcoxilo, alcoxialcoxilo, ariloxilo, aralcoxilo, alqueniloxilo, arilo, halógeno, alquilmercapto, alquenilmercapto, arilmercapto, alquilsulfonilo, arilsul-
fonilo, ciano, carboalcoxilo, carbamoílo y sulfamoílo. Dos substituyentes juntos pueden formar también el complemento de un radical cicloalquílico yuxtacondensado o un hetero-
ciclo no aromático yuxtacondensado. Substituyentes preferidos son por lo general alquilo con 1 a 4 átomos de
20. carbono, alcoxialquilo con 2 a 5 átomos de carbono, ciclohexilo, alquenido con 3 ó 4 átomos de carbono,
25. bencilo, fenilo, flúor, cloro, bromo, alcoxilo con 1 a 4

- átomos de carbono, benciloxilo, fenoxilo, alquilmerscapto con 1 a 4 átomos de carbono, alquenciloxilo con 3 ó 4 átomos de carbono, fenilmerscapto, alquilsulfonilo con 1 a 4 átomos de carbono, fenilsulfonilo, ciano, carboalcoxilo con 2 a 5 átomos de carbono, carbamilo y sulfamilo.

5. El anillo B, en los compuestos preferidos, está insustituído o bien sustituido por flúor, cloro o bromo (de preferencia, cloro) o por grupos inferiores de alquilo o alcoxilo. Se prefiere el cloro como p-sustituyente.

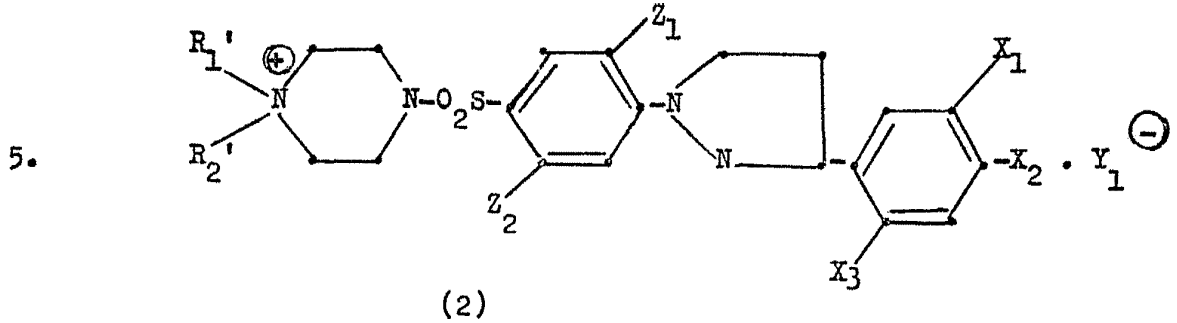
10. R_1 y R_2 , en los compuestos preferidos, significan un grupo alquílico con 1 a 18 átomos de carbono, el cual puede estar sustituido por grupos de hidroxilo o de ciano- o alcoxi-carbonilo. En calidad de radical aralquílico se prefiere el grupo bencilico y en calidad de radical arílico R_2 debe entenderse el grupo fenílico, que puede estar monosustituido o disustituido por cloro, por flúor o por grupos inferiores de alquilo o alcoxilo. En calidad de grupo alquénflico R_1 entra en cuenta especialmente el grupo alílico.

15. En los compuestos más interesantes técnica- mente R_3 , R_4 , R_5 y R_6 significan radicales alquílicos inferiores o, de preferencia, hidrógeno. R_7 y R_8 significan un grupo alquílico inferior o, de preferencia, hidrógeno.

20. Por "inferior", en relación con los radicales alquílicos o alcoxílicos, se entienden radicales con 1 a 4 átomos de carbono.

- 25.

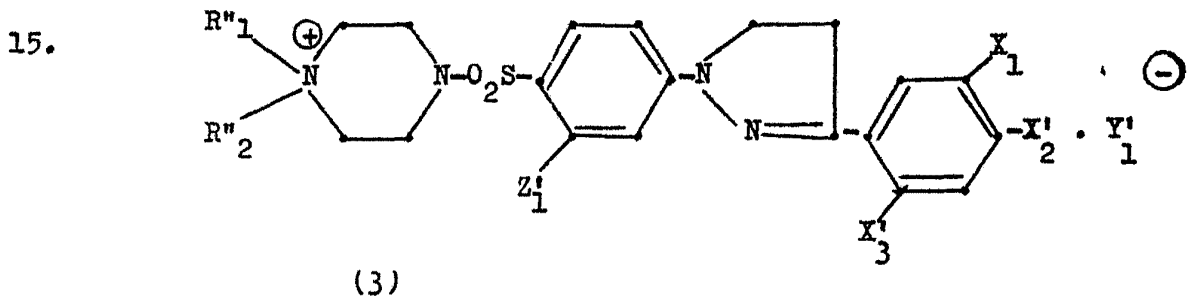
Merecen mención especial los compuestos de la fórmula



en la que

10. R'_1 significa un radical alquílico con 1 a 18 átomos de carbono, el radical bencílico, un radical bencílico sustituido por cloro o por metilo, un radical hidroxialquílico con 1 a 4 átomos de carbono, un radical cianoalquílico con 1 a 4 átomos de carbono,
15. un radical carboalcoxialquílico con un total de 3 a 17 átomos de carbono o el radical alílico,
20. R'_2 significa un radical alquílico con 1 a 18 átomos de carbono, el radical bencílico, un radical bencílico sustituido por cloro o por metilo, un radical hidroxialquílico con 1 a 4 átomos de carbono, un radical cianoalquílico con 1 a 4 átomos de carbono,
25. un radical carboalcoxialquílico con un total de 3 a 17 átomos de carbono, el radical fenílico o un radical fenílico sustituido por cloro, por metilo o por metoxilo,

5. X_1 significa hidrógeno o cloro,
 X_2 significa hidrógeno, cloro, flúor o un radical alquílico con 1 a 4 átomos de carbono,
 X_3 significa hidrógeno, cloro o un radical alquílico con 1 a 4 átomos de carbono,
 Z_1 y Z_2 , independientemente uno de otro, significan hidrógeno, cloro o flúor e
 Y_1 significa halógeno, $CH_3 SO_4$, $C_2H_5 SO_4$ o fenilsulfonato insustituído en el radical fenílico o sustituido por cloro o por metilo,
10. lo mismo que los compuestos de la fórmula



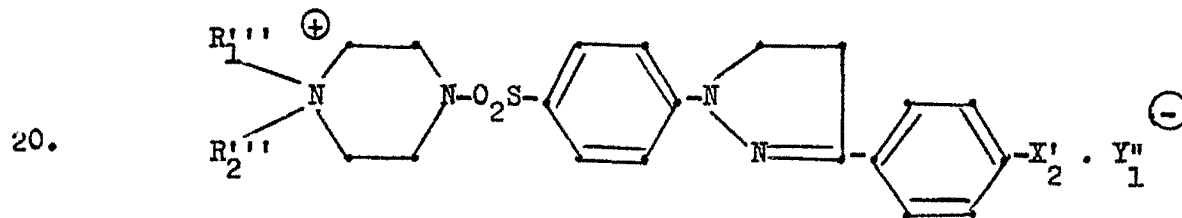
20. en la que R''_1 significa un radical alquílico con 1 a 8 átomos de carbono, un radical alquénflico con 3 ó 4 átomos de carbono, un radical hidroxialquílico con 1 a 4 átomos de carbono, el radical bencílico o un radical carboxialquílico con un total de 3 a 7 átomos de carbono,
- 25.

5. R_2'' significa un radical alquílico con 1 a 4 átomos de carbono, un radical hidroxialquílico con 1 a 4 átomos de carbono, el radical bencílico, el radical bencílico sustituido por cloro o por metilo, el radical fenílico o un radical fenílico sustituido por cloro, por metilo o por metoxilo,

10. X_1 significa hidrógeno o cloro,
 X_2' significa hidrógeno o cloro,
 X_3' significa hidrógeno o un radical alquílico con 1 a 4 átomos de carbono,
 Z_1' significa hidrógeno o cloro e
 Y_1' significa cloro, bromo, $CH_3 SO_4$, $C_2H_5 SC_4$, fenilsulfonato o fenilsulfonato sustituido en el núcleo fenílico por metilo.

15.

Cabe destacar los compuestos de la fórmula



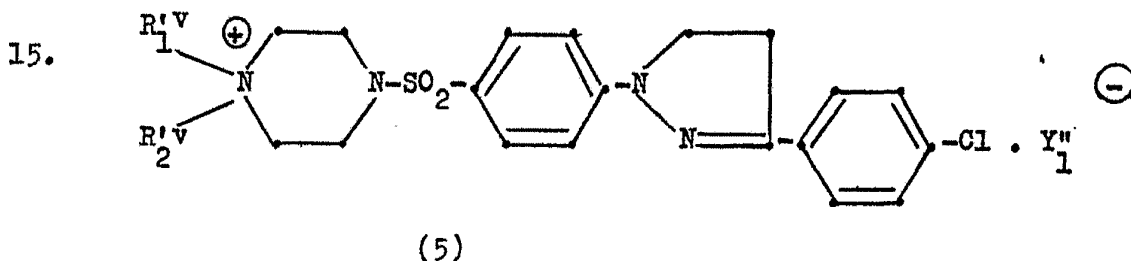
(4)

25. en la que R_1''' significa un radical alquílico con 1 ó 2 átomos de carbono, el radical alílico, un radical hidroxialquílico con 1 a 4 átomos

de carbono, el radical bencílico o un radical carboalcoxialquílico con un total de 3 a 7 átomos de carbono,

5. R_2'' significa un radical alquílico con 1 a 4 átomos de carbono, un radical hidroxialquílico con 1 a 4 átomos de carbono, el radical bencílico, el radical fenílico o un radical fenílico sustituido por cloro o por metilo,
10. X_2' significa hidrógeno o cloro e Y_1'' significa cloro, bromo, $CH_3 SO_4$, $C_2H_5 SO_4$ o fenilsulfonato sustituido en el núcleo fenílico por metilo,

así como los compuestos de la fórmula



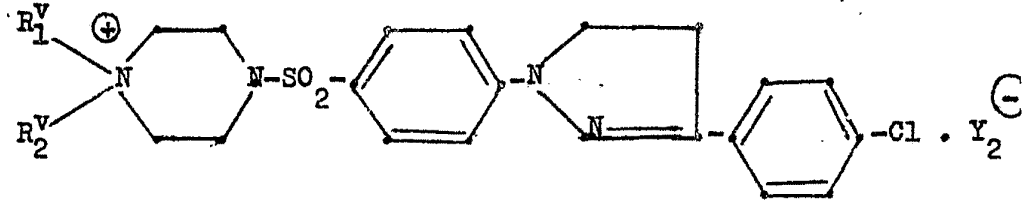
20. en la que R_1^V significa un radical alquílico con 1 ó 2 átomos de carbono, el radical bencílico, el radical alílico o un radical carboalcoxialquílico con un total de 3 a 5

25. átomos de carbono, R_2^V significa un radical alquílico con 1 a 4 átomos de carbono, el radical bencílico, un radical hidroxialquílico con 1 a 4 átomos de carbono o el radical fenílico e

Y_1'' significa cloro, bromo, CH_3SO_4 , $C_2H_5SO_4$ o fenilsulfonato substituído en el núcleo fenílico por metilo.

En primer término del interés se hallan

5. los compuestos de la fórmula



10. (6)

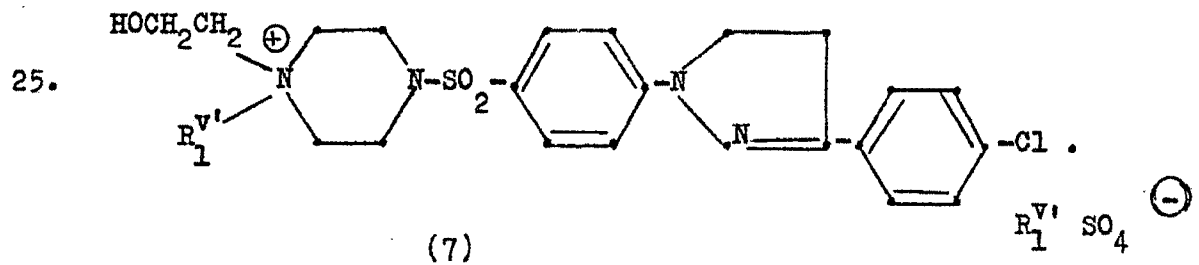
en la que

15. R_1^V significa el radical metílico o etílico, el radical beta-hidroxietílico, el radical bencílico, el radical alílico o el radical carbometoximetílico,

R_2^V significa el radical metílico o beta-hidroxietílico o el radical fenílico, p-tolílico o p-clorofenílico e

20. Y_2 significa cloro, bromo, CH_3SO_4 , $C_2H_5SO_4$ o p-toluensulfonato.

Tienen interés práctico especial los compuestos de la fórmula

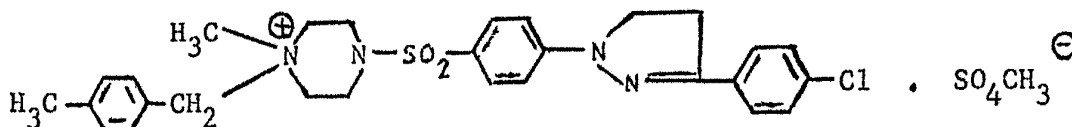
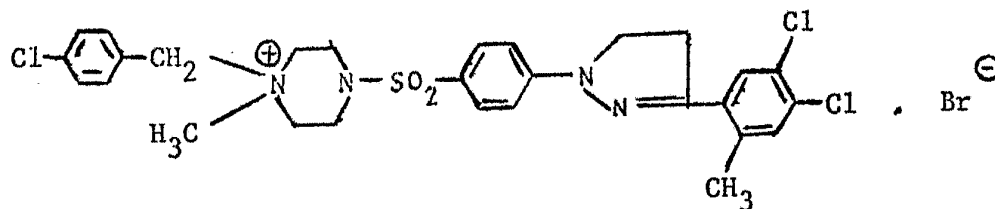
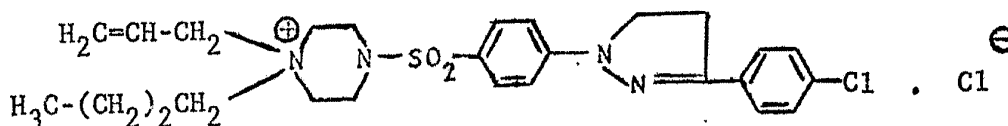
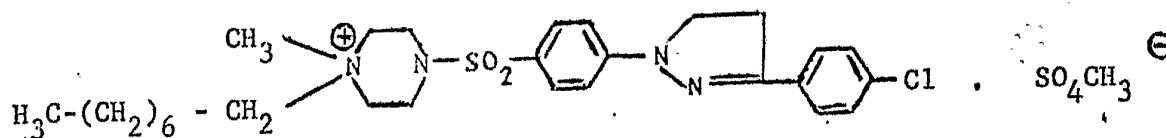
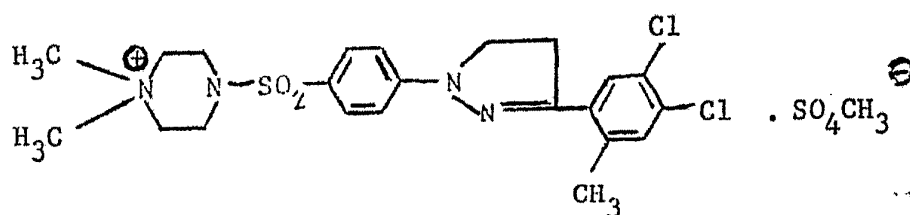


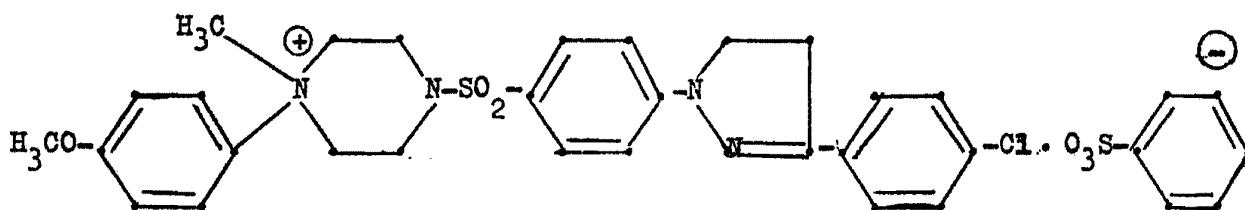
(7)

en la que

$R_1^{Y'}$ significa el radical metílico o etílico.

Englobados en las fórmulas que se han descrito precedentemente se hallan, por ejemplo, los compuestos siguientes:





5. Los nuevos compuestos que se han definido en lo que antecede manifiestan en estado disuelto o finalmente dividido fluorescencia más o menos marcada. Se los puede emplear para la aclaración óptica de los más diversos materiales sintéticos, semisintéticos o naturales del campo orgánico en la industria textil o substancias que contengan tales materiales orgánicos.
- 10.

A guisa de ejemplos, y sin que la sinopsis que sigue implique ninguna limitación al respecto, cabe citar los grupos siguientes de materiales orgánicos, en cuanto atañe a la aclaración óptica de éstos:

15.

I. Materiales orgánicos sintéticos de peso molecular alto:

20.

- a) Productos de polimerización a base de compuestos orgánicos que contienen a lo menos un enlace doble polimerizable de carbono-carbono, o sea sus homopolimerizados o copolimerizados, lo mismo que sus productos de tratamiento ulterior, como por ejemplo productos de reticulación, de injerto o de desintegración, encabezamientos de polimerizado, productos obtenidos por modificación de grupos reactivos, por ejemplo polimerizados

25.

- a base de ácidos carboxílicos alfa,beta-insaturados o derivados de tales ácidos carboxílicos, en particular de compuestos acrílicos (como, por ejemplo, ésteres acrílicos, ácido acrílico, acrilonitrilo, amidas acrílicas y sus derivados o sus análogos metacrílicos), o de hidrocarburos olefínicos (como, por ejemplo, etileno, propileno, estirenos o dienos y asimismo los llamados polimerizados ABS) y polimerizados a base de compuestos de vinilo y de vinilideno (como, por ejemplo, cloruro de vinilo, alcohol vinílico o cloruro de vinilideno).
- 5.
- 10.
- b) Productos de polimerización asequibles por abertura del anillo, como poliamidas del tipo de la policaprolactama; y asimismo polímeros que son asequibles lo mismo mediante poliadición que mediante policondensación, como los poliéteres y los poliace-
tales.
- 15.
- c) Productos de policondensación o preconden-
sados a base de compuestos bifuncionales o poli-
funcionales con grupos condensables, sus productos de homocondensación y de condensación mixta y también los productos del tratamiento ulterior, por ejemplo poliamidas (como el adipato de hexametilen-
diamina), resinas de maleinato, resinas de melamina, sus precondensados y análogos, policarbonatos y
siliconas.
- 20.
- 25.

- d) Productos de poliadición, como poliuretanos (reticulados y no reticulados) y resinas epoxídicas.
5. II. Materiales orgánicos semisintéticos, como por ejemplo ésteres de celulosa de diverso grado de esterificación (el llamado 2 1/2-acetato y el triacetato) o éteres de celulosa, celulosa regenerada (viscosa y celulosa cuproamoniaca) o sus productos de tratamiento ulterior, y los plásticos de caseína.
10. III. Materiales orgánicos naturales de origen animal o vegetal; por ejemplo, a base de celulosa o de proteínas, como algodón, lana, lino, seda, resinas naturales para barnices, almidón y caseína.

15. Los nuevos compuestos de este invento son aptos preferentemente para la aclaración óptica de material orgánico; por ejemplo, de polimerizados o copolimerizados del acrilonitrilo o fibras modacrílicas, poliamidas sintéticas, como los polímeros a base de adipato de hexametilendiamina o de caprolactama, lana, celulosa modificada por acetilación y mezclas de tales materiales.

20. Los materiales orgánicos para aclarar ópticamente pueden hallarse en los más diversos estados de elaboración (materias primas, semifabricados o productos acabados). Por otra parte, pueden hallarse en forma de los más diversos artículos moldeados, o sea, por ejemplo,

- en forma de cuerpos de extensión predominantemente tridimensional, como placas, perfiles, piezas de fundición inyectada, piezas de trabajo de diversa índole, recortes, granulados o materias de espuma; en forma de
5. cuerpos de configuración predominantemente bidimensional, como películas, láminas, barnices o lacas, revestimientos, impregnaciones y estratificaciones; o en forma de cuerpos de configuración predominantemente unidimensional, como hilos, fibras, copos y alambres. Por otro lado, dichos
10. materiales, aún en estados no moldeados, pueden hallarse en las más diversas formas de división, homogéneas o no homogéneas, como, por ejemplo, en forma de polvos, soluciones, emulsiones, dispersiones, látices, pastas o ceras.
15. Los materiales fibrosos pueden hallarse, por ejemplo, en forma de filamentos sin fin (estirados o sin estirar), hebra o fibra cortada, copos, veta de extrusión, filamentos textiles, hilos, torcidos, vellón de fibra, fieltros, guatas, artículos de floculación o
20. tejidos textiles, vendajes textiles o géneros de punto.
- Los compuestos utilizables según este invento tienen importancia, entre otros aspectos, para el tratamiento de los materiales orgánicos textiles, particularmente tejidos textiles. Siempre que se hayan
25. de aclarar ópticamente según este invento fibras (las cuales pueden hallarse en forma de fibra cortada o hebra o de filamentos sin fin, madejas, tejidos, géneros de

punto, vellones, substratos floculados o vendajes), ello se realiza con ventaja en medio acuoso en el que los compuestos respectivos se hallen en forma finamente dividida (suspensiones, las llamadas "midrodispersiones" o, de preferencia, soluciones). Si es preciso pueden añadirse durante el tratamiento agentes dispersantes, estabilizadores, humectantes y otros coadyuvantes.

Según el tipo de compuesto aclarador que se emplee, puede ser ventajoso actuar en baño neutro, alcalino o, de preferencia, ácido. El tratamiento se lleva a cabo de ordinario a temperaturas desde unos 20° C hasta 140° C; por ejemplo, a la temperatura de ebullición del baño o alrededor de ella (unos 90° C).

Para acabar según este invento los substratos textiles entran también en cuenta soluciones o emulsiones de agua en disolventes orgánicos, como las que son corrientes en la práctica tintórea para la llamada tinción con disolventes (termofijación en fular, método de extracción en máquinas para teñir).

Los nuevos aclaradores ópticos conformes a este invento pueden además añadirse o incorporarse a los materiales antes de la deformación de éstos o durante su deformación.

Siempre que la deformación de los materiales orgánicos totalmente sintéticos o semisintéticos se realice por el método de hilatura o pasando por masas para hilar, los aclaradores ópticos pueden aplicarse por los procedimientos siguientes:

- 5. - adición a las sustancias de partida (por ejemplo, monómeros) o a los productos intermedios (por ejemplo, precondensados y prepolímeros), es decir, antes de la polimerización, la policondensación o la poliadición o durante ellas,
- espolvoreo sobre recortes de polimerizados o sobre granulados para masas de hilar,
- tinción en baño de recortes de polimerizado o de granulados para masas de hilar,
- 10. - adición dosificada a fusiones para hilar o soluciones para hilar,
- aplicación a cable revestido, antes del estiramiento.

- Con especial preferencia los aclaradores conformes a este invento de las fórmulas (1) a (7) se aplican a las fibras preparadas por el método de hilatura húmeda mientras éstas se hallan todavía en estado de gel. En el estado de gel la fibra contiene aún grandes cantidades de agua y está por lo tanto muy hinchada. Después de la formación de la fibra (proceso de hilatura) y de la operación de lavado para excluir los disolventes o respectivamente los solubilizantes, se estira la fibra para dar orientación a las macromoléculas y a continuación se la seca. Ello hace que se pierda el estado de gel.
- 15.
- 20.

- Los procedimientos para aclarar las fibras de poliacrilonitrilo que se hallan en estado de gel consisten esencialmente en poner en contacto con la solución del aclarador, en un fular o en un baño, las fibras en estado hinchado. El contacto puede realizarse también, por ejemplo, moviendo la fibra o la veta de fibra por una solución o suspensión del aclarador que circula en contracorriente. Los baños para emplear se preparan de conveniencia disolviendo o dispersando en agua el aclarador y ajustando el baño así obtenido, con ácido y/o con una sal amortiguadora, al índice deseado de pH. Este índice de pH se halla por lo general entre 1 y 7 y es, por ejemplo, de 1,5 a 5,5. La concentración del baño en aclarador se elige la mayoría de las veces tal que después del tratamiento haya prendido a la fibra de 0,005 a 0,5 % (por ejemplo, 0,05 a 0,2 %) de aclarador respecto al peso en seco de la fibra. El tratamiento de la fibra en el baño de aclarador puede efectuarse a temperatura del baño inferior a 50° C (por ejemplo, 10 a 30° C). Por lo general la duración de tratamiento de la fibra en el baño de aclarador es menor de 2 minutos, y preferentemente menor de 40 segundos.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- Este invento se refiere también al empleo de los aclaradores de las fórmulas (1) a (7) para la aplicación a fibras de poliacrilonitrilo que se hallen en estado de gel.
- 25.

Los nuevos aclaradores ópticos conformes a este invento pueden utilizarse también, por ejemplo, en las modalidades de empleo siguientes:

5. a) En mezclas con colorantes (matización) o pigmentos (pigmentos colorantes o, en particular, por ejemplo, pigmentos blancos) o como adición a baños tintóreos, pastas para estampar, pastas para mordentar o pastas de reserva. También para el tratamiento ulterior de tinturas, estampados o estampados mordentados.
10. b) En mezclas con los llamados "carriers", con humectantes, suavizadores, imbibidores, antioxidantes, antiactínicos o termoestabilizadores.
15. c) En mezcla con reticuladores y aprestantes (por ejemplo, almidón o aprestos sintéticos), lo mismo que en combinación con los más diversos métodos de refinación textil, en particular aprestos de resinas sintéticas (por ejemplo, aprestos contra el arrugamiento, como "wash-and-wear", "permanent-press" y "no-iron"), aprestos ignifugantes, aprestos suavizadores del tacto, aprestos desprendedores de la suciedad ("anti-soiling"), aprestos antiestáticos o aprestos.
20. antimicrobianos.
- 25.

5. d) Incorporación de los aclaradores ópticos a materiales de soporte poliméricos (productos de polimerización, de policondensación o de poliadición) en forma disuelta o dispersa, para usar, por ejemplo, en agentes de estratificación, agentes de impregnación o adhesivos (soluciones, dispersiones y emulsiones) para géneros textiles, vellón, papel y cuero.
10. e) Como aditamentos a las llamadas "master batches".
- f) Como aditamentos a los más diversos productos industriales con el fin de hacerlos aptos para el mercado (por ejemplo, mejoras en el aspecto de los jabones, los detergentes, los pigmentos, etc.).
15. g) En combinación con otras sustancias de acción aclaradora óptica.
20. h) En preparaciones para baños de hilatura, es decir, como aditamentos a baños para hilar, como los que se emplean para mejorar la capacidad de deslizamiento en la elaboración ulterior de las fibras sintéticas, o a partir de un baño especial antes del estiramiento de las fibras..
25. i) Como escintiladores para diversos fines del arte fotográfico, como, por ejemplo, para reproducción electrofotográfica o supersensibilización y

para la aclaración óptica de capas fotográficas, eventualmente en combinación con pigmentos blancos (como, por ejemplo, TiO_2).

5. j) Según la substitución, como colorantes para láser.

10. Si el proceso de aclaración se combina con métodos de tratamiento textil o de refinación, el tratamiento combinado puede en muchos casos efectuarse más ventajosamente utilizando preparados con la estabilidad pertinente que contengan los compuestos de aclaración óptica en tal concentración que se logre el efecto aclarador deseado.

15. La cantidad de los nuevos aclaradores ópticos que cabe emplear según este invento, en relación al material que se ha de aclarar ópticamente, puede oscilar dentro de amplios límites. Ya con cantidades muy pequeñas, en ciertos casos por ejemplo de 0,0005 % en peso, puede conseguirse un efecto manifiesto y persistente. Pero también pueden emplearse cantidades hasta un 0,8 % en peso. Para la mayoría de las necesidades prácticas interesan preferentemente cantidades entre 0,005 y 0,5 % en peso.

25. Algunos de estos compuestos son aptos también como aditivos para los baños de lavado o para los detergentes industriales y domésticos, a los que pueden añadirse de diversos modos. A los baños de lavado se añaden

- convenientemente en forma de sus soluciones en agua o en disolventes orgánicos, o también en división fina, como dispersiones acuosas. A los detergentes domésticos o industriales se añaden ventajosamente en cualquier
5. fase del proceso de fabricación de los detergentes; por ejemplo, a la llamada "lechada", antes de la pulverización del polvo detergente o durante la preparación de combinaciones líquidas de detergente. La adición puede llevarse a cabo tanto en forma de una solución o
10. dispersión en agua o en otros disolventes como sin agente auxiliar, en forma de polvo seco de aclarador. Por ejemplo, es posible mezclar, amasar o moler los aclaradores con las sustancias de actividad detergente e incorporarlos así al polvo detergente listo. Pero
15. también se los puede rociar, disueltos o dispersos previamente, sobre el detergente listo.

- En calidad de detergentes entran en cuenta las mezclas conocidas de sustancias de actividad deter-
20. siva, como, por ejemplo, jabones en forma de recortes y de polvo, materias sintéticas, sales solubles de semi-ésteres de ácido sulfónico y alcoholes grasos superiores, ácidos arilsulfónicos superiores y/o plurisustituídos por alquilo, ésteres sulfocarboxílicos de alcoholes medianos hasta superiores, acilaminoalquil- o acilami-
25. noaril-glicerinsulfonatos de ácido graso, ésteres fosfóricos de alcoholes grasos, etc. En calidad de materias estructurales (o sea las llamadas "builders")

- entran en cuenta, por ejemplo, los polifosfatos y polimetafosfatos alcalinos, los pirofosfatos alcalinos, las sales alcalinas de la carboximetilcelulosa y otros inhibidores de la redepositación de la suciedad, los
5. silicatos alcalinos, los carbonatos alcalinos, los boratos alcalinos, los perboratos alcalinos, el ácido nitrilotriacético, el ácido etilendiaminotetraacético y estabilizadores de la espuma como las alcanolamidas de ácidos grasos superiores. Por otra parte, en los
10. agentes de lavado pueden estar contenidos, por ejemplo, agentes antiestáticos, agentes reengrasadores para la protección de la piel (como la lanolina), enzimas, agentes antimicrobianos, perfumes y colorantes.

- Los compuestos de este invento se añaden
15. en cantidad de 0,005 a 1 % o más respecto al peso de detergente listo, líquido o pulverulento. Los baños de lavado que contienen las cantidades indicadas de los aclaradores ópticos aquí reivindicados confieren en el lavado a los géneros textiles de fibras de poliamida,
20. de fibras de celulosa muy refinada, de lana, etc., un aspecto brillante a la luz del día.

El tratamiento de lavado se realiza, por ejemplo, así:

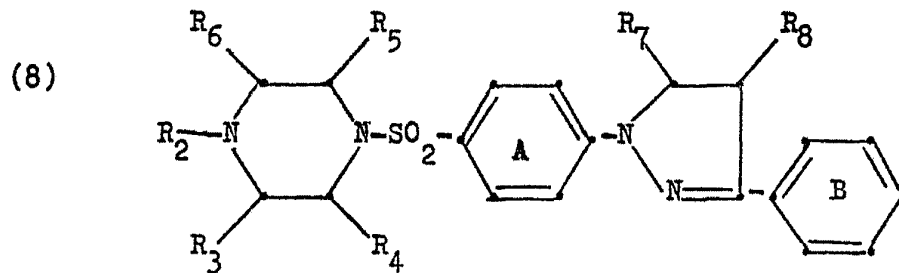
- Se tratan los géneros textiles en cuestión,
25. durante 1 a 30 minutos y a temperatura de 20 a 100° C, en un baño de lavado que contiene de 1 a 10 g/kg de un detergente compuesto, estructurado, y de 0,05 a 1 %

(respecto al peso de detergente) de los aclaradores aquí reivindicados. La relación de líquido puede ser de 1:3 a 1:50. Después del lavado, se enjuaga y se seca como de costumbre.

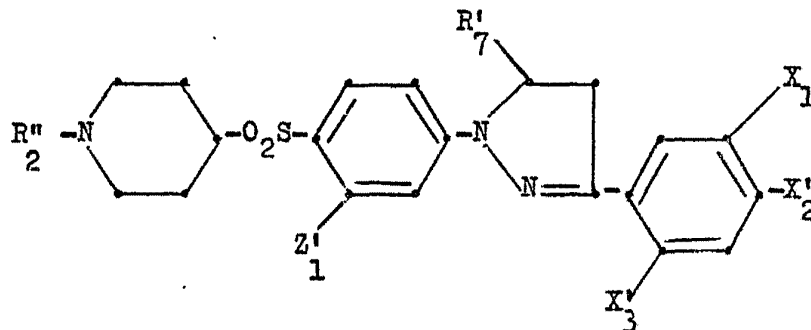
5. Los baños de lavado que contienen las piperacinas de las fórmulas (1) a (7) confieren durante el lavado a las fibras textiles tratadas con ellos, por ejemplo a las fibras de poliamida sintética, de ésteres de celulosa, de lana, de poliacrilonitrilo y de modacrilo, un aspecto brillante a la luz del día.

10. Para la preparación de los compuestos de la fórmula (1), y especialmente los de las fórmulas (3) y (4), se cuaternizan de manera ya de sí conocida los respectivos compuestos no cuaternizados de las fórmulas

15.



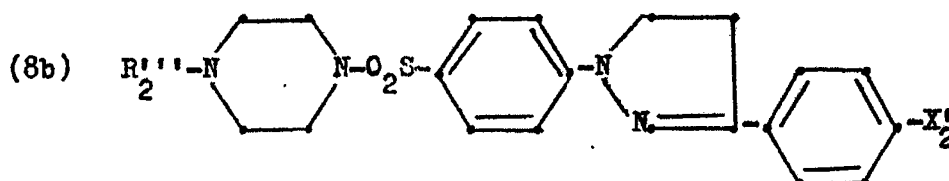
20.



25.

(8a)

o respectivamente



5.

en las que

R_1 a R_8 , los anillos A y B, R_2'' , R_2''' ,

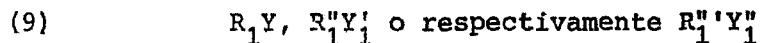
R_7' , Z_1' , X_1 , X_2' y X_3'

tienen el mismo significado que se les

ha atribuído antes,

10.

por medio de compuestos de las fórmulas



donde

R_1 , R_1'' , R_1''' , Y , Y_1' e Y_1''

15.

tienen el mismo significado que antes.

Esta cuaternización se realiza preferentemente en un disolvente inerte para los partícipes de la reacción, a temperaturas de 0 a 200° C, y preferentemente de 20 a 150° C; pero en muchos casos puede servir de

20.

disolvente el propio agente de cuaternización. Son disolventes, por ejemplo, los hidrocarburos aromáticos como el benceno, el tolueno y el xileno; los halohidrocarburos como el cloruro de metileno, el tetracloroetileno, el clorobenceno, el bromobenceno o el diclorobenceno; y asimismo el nitrobenzeno, los alcoholes inferior-

25.

res y éteres abiertos o cíclicos, como el etanol, el isopropanol, el butanol, el éter dietílico, el éter dibutílico, el éter etilenglicolmonometílico, el éter etilenglicolmonometílico, el tetrahidrofurano o el dioxano; cetonas inferiores como la acetona o la metiletilcetona; amidas de ácido graso como la dimetilformamida o la dimetilacetamida; sulfóxidos como el sulfóxido de dimetilo; y ureas como la tetrametilurea. Si se desea las sales cuaternarias originadas pueden convertirse en otras sales por reacción doble.

10. La reacción que se ha descrito antes puede realizarse fundamentalmente con cualquier agente de cuaternización. Son agentes de esta índole, por ejemplo, los haluros de alquilo como el yoduro de metilo y el bromuro de butilo, los sulfatos de alquilo como el sulfato de dimetilo y el sulfato de dietilo, los haluros de alqueno como el cloruro de alilo, los haluros de aralquilo como el cloruro de bencilo o el bromuro de bencilo, los ésteres de ácido haloacético y sus derivados y los ésteres del ácido bencensulfónico o del ácido p-toluensulfónico, en particular los ésteres metílico y etílico de éstos.

20. Los compuestos de partida de la fórmula (8) son conocidos (véase la patente belga nº 722.233 o respectivamente la patente inglesa nº 1.186.650) o pueden prepararse de manera análoga.

25. Los nuevos compuestos cuaternario forman polvos amarillentos, solubles en agua.

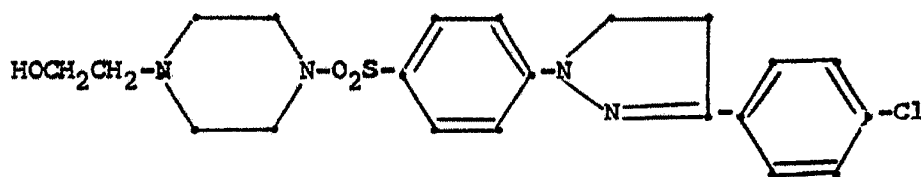
Los ejemplos que siguen ilustran el invento.
Las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

EJEMPLOS DE PREPARACION

Ejemplo 1

En un matraz con refrigerador de reflujo, termómetro y embudo de goteo se disuelven 4,5 partes del compuesto de la fórmula

5.



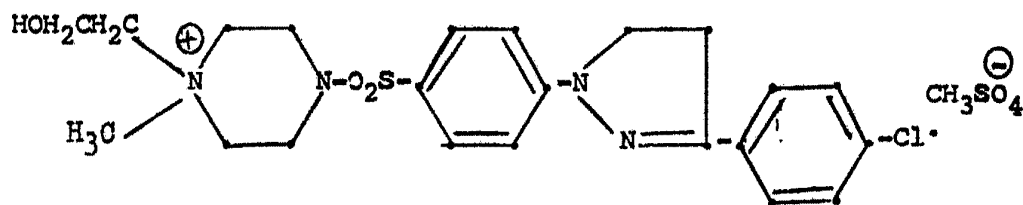
10.

(101)

en 22 partes de clorobenceno por calentamiento a 120°. Se instilan luego en 5 minutos y agitando vigorosamente 1,5 partes de sulfato de dimetilo. Se agita por 10 minutos más, y, sin enfriamiento, se separa por succión el producto precipitado, se le lava con 4 partes de clorobenceno caliente y se seca el residuo a 70°, en vacío. Se obtienen así 5,4 partes de un polvo de color amarillo pálido y de la fórmula

15.

20.



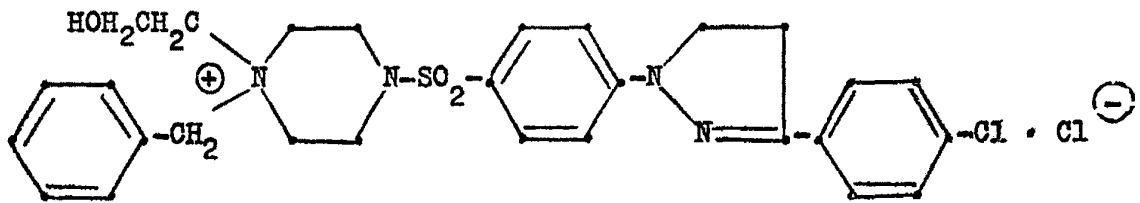
(102)

el cual se descompone a 172-176° y puede utilizarse sin purificación como aclarador óptico.

25.

Ejemplo 2

- Se calientan rápidamente hasta reflujo 4 partes de cloruro de bencilo y se las trata con 1 parte del compuesto de la fórmula (101). Después de disolución transitoria, se forma un precipitado. Al cabo de un total de 10 minutos de reflujo, se filtra en caliente por succión, se disuelve el residuo en 10 partes de metanol, se decolora con carbón activo, se trata la solución con 20 partes de éster metílico de ácido acético y se concentra hasta la aparición de un precipitado. Después de enfriar con hielo, se filtra por succión y se seca. Se obtienen 0,3 partes del producto de la fórmula
- 5.
- 10.



15.

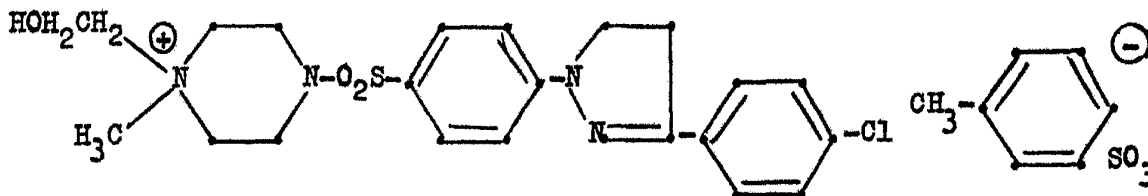
(201)

en forma de un polvo higroscópico de color beige claro, el cual se descompone a $220-221^\circ$.

Ejemplo 3

- En una solución de 11,2 partes del compuesto de la fórmula (101) en 350 partes de clorobenceno se instila a 85° y en el curso de 30 minutos una solución de 9,3 partes de éster metílico de ácido p-toluensulfónico en 120 partes de clorobenceno. Luego se eleva la temperatura
- 20.

hasta reflujo por una hora y, todavía en caliente, se filtra por succión para separar el producto precipitado, de la fórmula



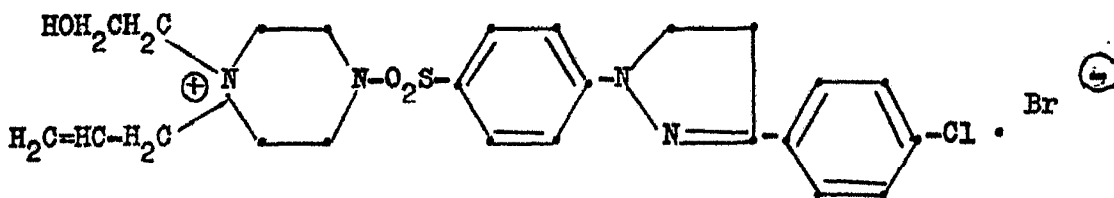
5.

(301)

Rendimiento: 8 partes. Punto de descomposición: 189-190°.

Ejemplo 4

10. Se calientan a 130°, en autoclave y durante 1 hora, 11,2 partes del compuesto de la fórmula (101) y 6,1 partes de bromuro de alilo en 300 partes de dioxano. Se filtra todavía en caliente y se hierve el residuo del filtro con 120 partes de clorobenceno durante 1 hora. Se vuelve a filtrar en caliente y se lava con 25 partes de clorobenceno caliente. Después de secar se obtienen 8,8 partes del compuesto de la fórmula
- 15.



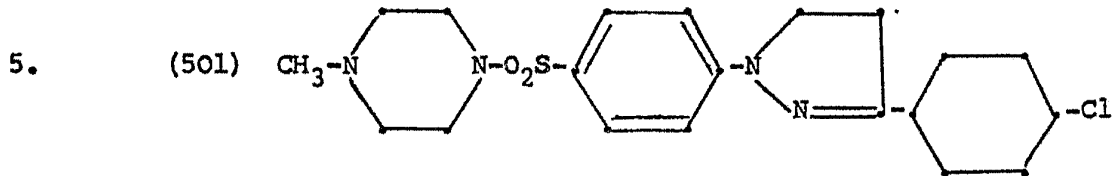
20.

(401)

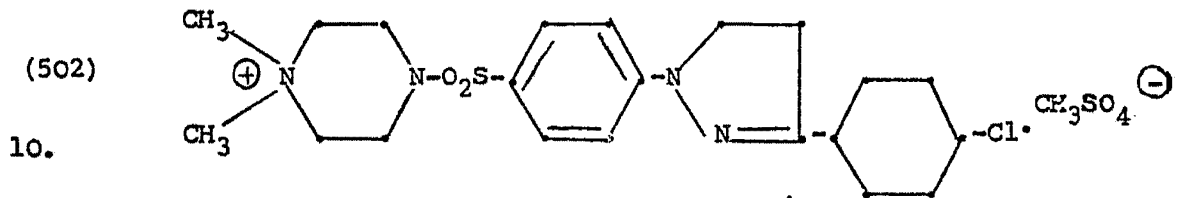
con punto de descomposición de 212-213°.

Ejemplo 5

De manera análoga a la del Ejemplo 1, por reacción del compuesto de la fórmula



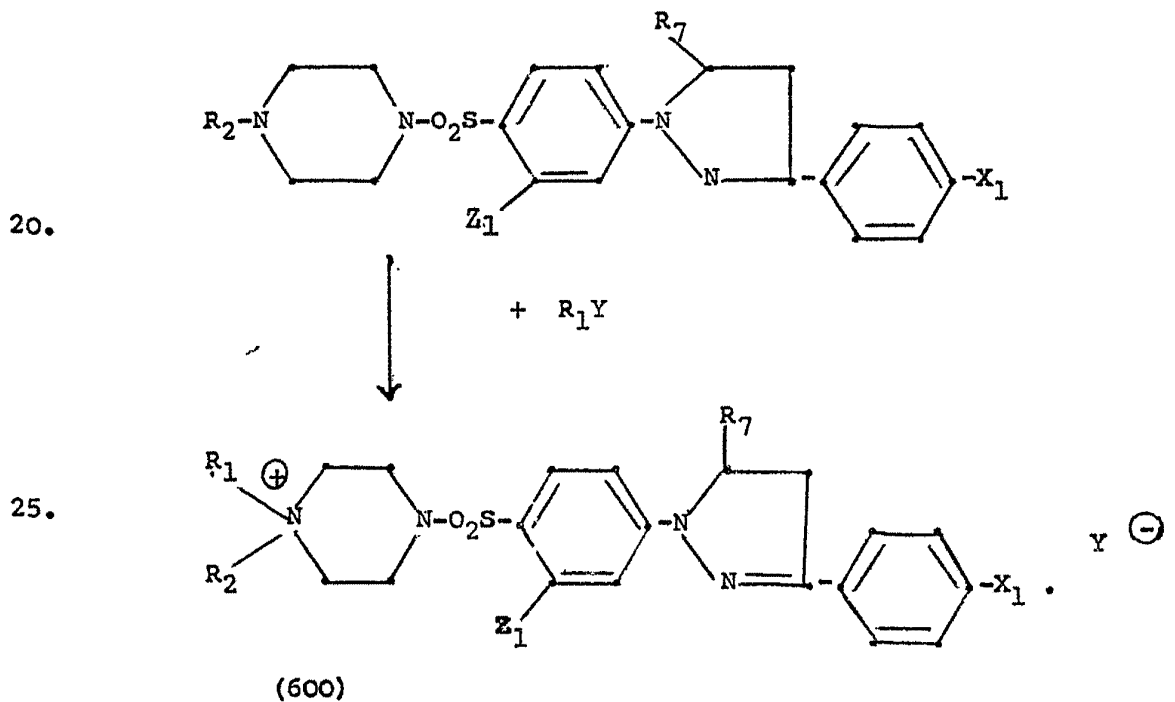
con sulfato de dimetilo se obtiene un compuesto de la fórmula






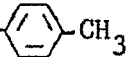

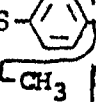


que presenta un punto de descomposición de 233-235°

Ejemplo 6

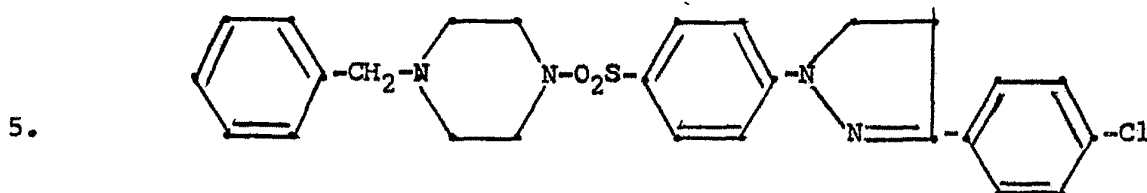
15. De manera análoga a la de los Ejemplos 1 a 5 anteriores se prepararon los compuestos siguientes:



Núm.	R ₁	R ₂	Z ₁	R ₇	X ₁	Y	Temperatura de descomposición en °C	
5.	601	-C ₂ H ₅	-CH ₂ CH ₂ OH	H	H	Cl	H ₅ C ₂ SO ₄	176-178
	602	-CH ₂ COOCH ₃	-CH ₂ CH ₂ OH	H	H	Cl	Br	250-252
	603 ¹⁾	-CH ₃	-CH ₂ - 	-H	-H	-Cl	-SO ₄ CH ₃	236-237
	604	-CH ₃	-CH ₃	-H	-H	-F	-SO ₄ CH ₃	167-170
	605	-CH ₃	-CH ₃	-Cl		-Cl	-SO ₄ CH ₃	194-195
10.	606	-CH ₃	-CH ₂ CH ₂ OH	-H		-H	-SO ₄ CH ₃	173-174
	607	-CH ₃	-CH ₂ CH ₂ OH	-H		-Cl	-SO ₄ CH ₃	292-293
	608	-CH ₃		-H	-H	-Cl	-SO ₄ CH ₃	205-208
15.	609	-CH ₃		-H	-H	-Cl	-SO ₄ CH ₃	208-210
	610	-CH ₃		-H	-H	-Cl	-SO ₄ CH ₃	203-205
	611	-CH ₃	-C ₂ H ₅	-H	-H	-Cl	-SO ₄ CH ₃	207-210
	612 ¹⁾	-CH ₂ COOCH ₃	-CH ₃	-H	-H	-Cl	-Br	250-251
20.	613 ²⁾	-CH ₂ CH=CH ₂	-CH ₃	-H	-H	-Cl	-Br	236-237
	614	-CH ₃	-CH ₃	-H	-H	-Cl	-O ₃ S- 	261-263
	615	-CH ₂ CH ₂ OH	-CH ₃	-H	-H	-Cl	-Cl	255
	616	-CH ₂ CH ₂ OH	-CH ₂ CH ₂ OH	-H	-H	-Cl	-Br	237-239

25. 1) Medio de reacción: Tolueno 2) Medio de reacción: Metiletilcetona

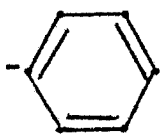
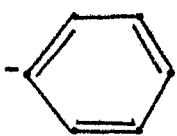
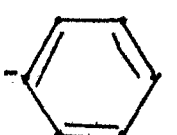
La 1- $\bar{3}$ "-(p-clorofenil)-pirazolin-1"-fenil-
-(4')-sulfonil]-4-bencil-piperacina de la fórmula

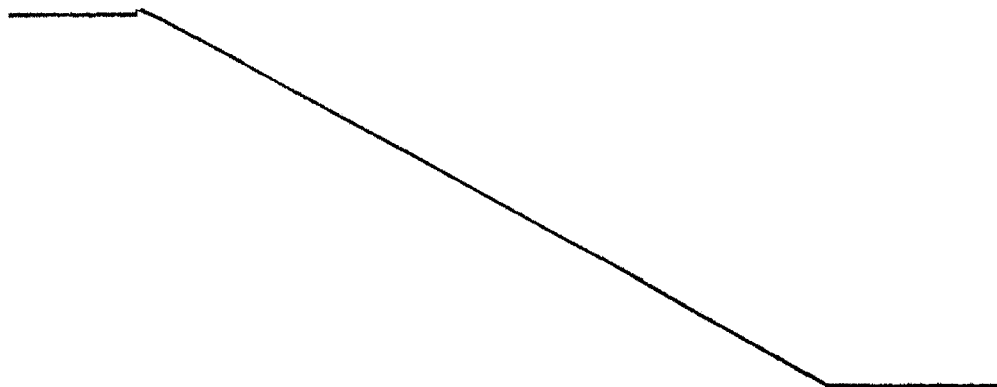


empleada como producto de partida para la preparación del compuesto de la fórmula (603) puede obtenerse de la manera siguiente:

10. Se remueven durante 20 minutos a la temperatura del ambiente 142 g de 1-(4'-clorosulfonil-fenil)-3-(4"-clorofenil)-pirazolina con 400 cc de piridina anhidra. En la suspensión obtenida se introduce removiendo una solución de 88 g de N-bencil-piperacina en 140 cc de piridina anhidra, lo que hace que aumente la temperatura de la mezcla reaccional. La solución límpida formada se calienta a temperatura de 70 a 75° C por 1 hora todavía, se trata con 700 cc de agua caliente y a continuación se enfría. Se obtiene una papilla cristalina, que es filtrada por succión, lavada con agua y secada en vacío.
15. La 1- $\bar{3}$ "-(p-clorofenil)-pirazolin-1"-il-fenil-(4')-sulfonil]-4-bencil-piperacina resultante tiene el punto de fusión de 223-224° C.

20. Por el mismo procedimiento pueden prepararse los compuestos siguientes, de la fórmula (600), en la que R_2 , Z_1 , R_7 y X_1 tienen estos significados:
- 25.

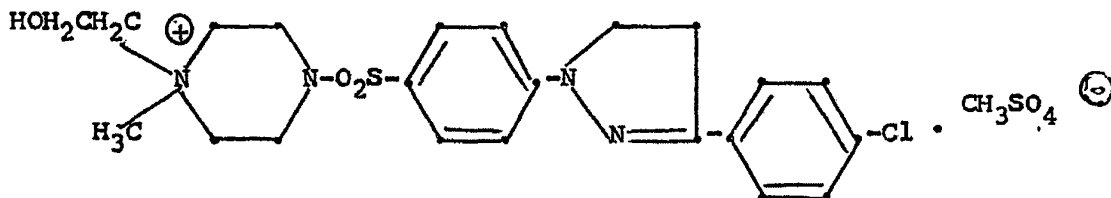
	Nº	R ₂	Z ₁	R ₇	X ₁	P.f. °C
	600a	-CH ₃	H		F	183-185
5.	600b	-CH ₃	Cl		Cl	128-130
10.	600c	-CH ₂ CH ₂ OH	H		H	193-194
15.	600d	-CH ₂ CH ₂ OH	H		Cl	185-186



EJEMPLOS DE EMPLEO

Ejemplo 7

- Un baño constituido por 100 cc de agua, 0,1 g de ácido oxálico, 0,1 g de acetato sódico, 0,025 g de fosfato trisódico, 0,06 g de éter pentadecilglicólico de alcohol octadecílico y 0,0125 g de sulfito sódico se trata a 40° con 0,9 cc de una solución de 1 g del aclarador de la fórmula (102)



10. en 100 cc de éter monometílico de etilenglicol y se introduce en él una madeja de 3 g de peso de hilo de poliacrilonitrilo ("Courtelle", de la firma Courtaulds, de Londres). Se calienta el baño en el curso de 10 a 15 minutos hasta 95° y luego se deja el hilo a esta temperatura durante
15. 30 minutos en el baño circulante. A continuación se le enjuaga con agua fría y se le seca.

El hilo así tratado muestra un aspecto blanco claramente más brillante que el del material no tratado.

20. Se consiguen también resultados semejantes con los compuestos de las fórmulas (201), (301), (401), (502), (601) a (603) y (608) a (616).

Ejemplo 8

- Un baño constituido por 100 cc de agua, 0,06 g de éter pentadecilglicólico de alcohol octadecílico y 1,2 cc de ácido fórmico al 8,5 % se trata a 40°
5. con 0,6 cc de una solución de 1 g del aclarador de la fórmula (102) en 100 cc de éter monometílico de etilenglicol y se introduce en él un tejido de 3 g de peso de poliacrilonitrilo ("orlon", de la firma Du Pont, de Wilmington, Delaware, Estados Unidos). Se le calienta
10. hasta 98° en el curso de 15 minutos y se deja el tejido a dicha temperatura en el baño circulante, durante una hora. Luego se enjuaga el tejido con agua fría y se le seca. El tejido así tratado muestra un aspecto brillante claramente más blanco que el del material no tratado.
15. Se consiguen también resultados semejantes si en lugar del aclarador de la fórmula (102) se emplea uno de la fórmula (201), (301), (401), (502), (601), (603), (608), (610) o (613) a (616).

Ejemplo 9

20. Un baño constituido por 100 cc de agua, 0,06 g de éter pentadecilglicólico de alcohol octadecílico y 6 cc de hidrosulfito estabilizado con fosfato sódico se trata a 40° con 2,4 cc de una solución de 1 g del aclarador de la fórmula (102) o (602) en 100 cc de
25. éter monometílico de etilenglicol y se introduce en él un tejido de lana de 3 g de peso. Se calienta el baño a

- 60° C en el curso de 10 minutos y se deja el tejido a esta temperatura en el baño circulante, durante 1 hora. Luego se enjuaga el tejido con agua fría y se le seca. El tejido así tratado muestra un aspecto claramente brillante y más blanco que el del material no tratado.
- 5.

Ejemplo 10

- Un baño constituido por 300 cc de agua, 0,08 g de éter pentadecilglicólico de alcohol octadecílico y 0,16 cc de ácido fórmico concentrado, al 85 %, se trata con una solución de 0,008 g de un aclarador de la fórmula (102), (602), (603), (608) o (612) en 1 cc de éter monometílico de etilenglicol y se le calienta hasta 70_ C. Luego se introducen en él 7,0 g de un tejido mixto constituido en la relación de 1:1 por poliacrilonitrilo ("Orlon", de la firma Du Pont, de Wilmington, Delaware, Estados Unidos) y lana. Se calienta el baño en el curso de 15 minutos hasta 95° C, se le deja durante 30 minutos a 95° C, se le enfría luego hasta 55° C, se le añade a gotas solución acuosa de amoníaco hasta que el pH del baño llega a 7, se le trata consecutivamente con 0,3 g de ditionito sódico estabilizado y con una solución de otros 0,006 g del aclarador obtenible según el Ejemplo 5 y se le mantiene durante 60 minutos a temperatura de 55 a 60° C. A continuación se enjuaga el tejido con agua fría y se le seca. Se obtiene un tejido mixto aclarado con igualdad.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

Ejemplo 11

Aclaración de poliamida por el procedimiento HT,
neutro

- Se añaden a 290 cc de agua 0,9 g de un
5. pirofosfato tetrasódico estabilizado por medio de ditionito sódico, 0,6 g de dietanolamida de ácido de grasa de coco y 0,15 g de ácido tetraetilendiaminotetraacético, sal sódica. A esta solución se agregan 10 cc de una solución al 0,1 % del aclarador de la fórmula (201), (301), (401), (502), (601) a (603) o (608) a (616),
10. se la calienta a 60° y se introduce en ella un tejido de nilón de 15 g de peso. Se aumenta la temperatura en el curso de 15 a 20 minutos hasta 120° y se deja el baño a esta temperatura por 30 minutos. Luego se le enfría hasta 60° en 10 a 15 minutos. A continuación se enjuaga el
15. tejido durante 2 minutos en agua corriente fría y se le seca a 60° durante 20 minutos. El tejido así tratado muestra un efecto de aclaración manifiesto.

Ejemplo 12

- Con el aclarador óptico de la fórmula
20. (102), (601), (614) o (615) se prepara una solución disolviendo 1 g de él en 100 cc de éter monometílico de etilenglicol. De esta solución generatriz se añaden 0,6 cc a una solución acuosa constituida por 100 cc de agua y 0,06 g de éter pentadecaglicólico de alcohol octadecí-

- lico. Se calienta hasta 40° esta preparación y luego se introduce en ella un tejido de satén de acetato de celulosa de 3 g de peso. Se aumenta la temperatura hasta 75° en el curso de 10 a 15 minutos y se deja el
5. baño a esta temperatura por una hora. Luego se enjuaga el tejido y se le seca. El tejido así tratado muestra un aspecto brillante claramente más blanco que el del material de partida no tratado.

Ejemplo 13

10. Se lava un tejido de fibra de poliamida (Perlon-Helanca), en la relación de líquido de 1:20 y durante 15 minutos, en un baño, caliente a 50°, que contiene por litro los aditivos siguientes:
- 0,004 a 0,016 g de un aclarador de la fórmula (102),
15. (201), (301), (401), (402), (601), (603), (608) a (614) o (613) a (616) y
- 4 g de un detergente en polvo de la composición siguiente:
- 15,00 % de sulfonato de dodecílbenzeno,
20. 10,00 % de laurilsulfonato sódico,
- 40,00 % de tripolifosfato sódico,
- 25,75 % de sulfato sódico anhidro,
- 7,00 % de metasilicato sódico,
- 2,00 % de carboximetilcelulosa y
25. 0,25 % de ácido etilendiaminotetraacético.

El tejido de poliamida se introduce en el baño de lavado caliente a 50° sólo 15 minutos después de la preparación de éste. Una vez enjuagado y secado, el tejido presenta un buen efecto de aclaración, de buena resistencia a la luz.

5.

Se consigue igualmente un buen efecto de aclaración si la operación de lavado se efectúa de la misma manera, pero a 25°.

El detergente en polvo de la composición que aquí se ha indicado puede contener también directamente incorporado el aclarador de la fórmula expuesta antes.

10.

Ejemplo 14

Se impregna un tejido de nilón 6, en el fular y a la temperatura del ambiente, con el baño siguiente:

15.

5 g/l de un aclarador de la fórmula (102), (301), (401), (502), (601), (611), (613) o (614),

5 g/l de ácido láctico y

20.

20 g/l del producto de reacción de 1 mol de dietanol-
amina con ácido graso de coco,

completado hasta 1 litro con percloroetileno, y se le exprime hasta un incremento de peso de 140 %. (Para preparar el baño, se deslie el aclarador con el tensiuro y el ácido láctico y luego se añade el disolvente orgánico.)

25.

Después de fulardear y secar el tejido, se le vaporiza durante 3 minutos a 120° C.

El substrato muestra un buen efecto de aclaración.

5. En lugar del proceso de vaporización, se puede también termofijar el tejido a 190° C durante 30 segundos.

Ejemplo 15

10. Se impregna un tejido de lana, en el fular y a la temperatura del ambiente, con el baño siguiente:

20 g/l del aclarador de la fórmula (102),
30 g/l del producto de reacción de ácido de grasa de coco y 2 moles de dietanolamina y
5 g/l de glicol,

15. completado hasta 1 litro con tricloroetileno, y se le exprime hasta incremento de peso de 125 %. Después del fulardeo y el secado, se vaporiza el tejido durante 5 minutos a 100°. El substrato muestra un buen efecto de aclaración.

20.

Ejemplo 16

Se impregna un tejido de algodón, en el fular y a la temperatura del ambiente, con un baño de la composición siguiente:

- 3 g/l de un aclarador de la fórmula (102), (301), (401), (502), (601), (602), (608) o (611) a (615) y
- 10 g/l del producto de adición de 8 moles de óxido de etileno a 1 mol de p-terciocetilfenol,
5. compeltado hasta 1 litro con éter de petróleo (de 60 a 80°), y se le exprime hasta un incremento de peso de 40 %. Después del fulardeo y el secado, se vaporiza el tejido a 100° durante 8 minutos.
10. El tejido muestra un efecto de aclaración bueno y homogéneo.

Ejemplo 17

- Cable húmedo de poliacrilonitrilo, estirado y recién hilado (correspondiente a 3,0 g de peso en seco),
15. se sumerge todavía húmedo, a 20° C y durante 10 segundos, en 100 cc de un baño acuoso que contiene 0,0005 % del aclarador de la fórmula (102) y que está ajustado a pH 4 con solución concentrada de ácido oxálico. A continuación se enjuaga brevemente con agua el cable húmedo y se le
20. seca a temperatura de 90 a 100° C. Se obtiene de este modo una fibra de poliacrilonitrilo bien aclarada.

- La operación puede realizarse también, por ejemplo, con pH 6 (ajustado por adición de acetato sódico). Mayor temperatura del baño aclarador (por ejemplo, a 40°
25. C), aumenta la rapidez de prensión.

Se consiguen mayores efectos de blancura si se aumenta la concentración de aclarador, por ejemplo hasta 0,005 %.

5. En lugar del aclarador de la fórmula (102) puede emplearse también un aclarador de la fórmula (201), (301), (401), (502), (601), (603) o (608) a (616).

Ejemplo 18

Se prepara un baño de fulardeo disolviendo en 1000 cc de agua descalcificada

10. 2,0 g del compuesto de la fórmula (102) y
2,0 g de un producto de adición de unos 35 moles de óxido de etileno a 1 mol de alcohol octadecílico.

15. Con él se fulardea un tejido de algodón, que luego se seca a 70° C. De este modo se logran efectos blancos brillantes.

20. En lugar del compuesto de la fórmula (102) pueden emplearse también los compuestos de las fórmulas (201), (301), (401), (502), (601), (602), (608) o (611) a (616).

Ejemplo 19

Se prepara un baño de fulardeo disolviendo en 1000 cc de agua descalcificada

2,0 g del compuesto de la fórmula (102) y
2,0 g de un producto de adición de unos 35 moles
de óxido de etileno a 1 mol de alcohol octa-
decílico.

5. Con él se fulardea un tejido de poliamida 6,
que luego se seca a 160° C. De este modo se consiguen
efectos blancos brillantes.

En lugar del compuesto de la fórmula (102)
pueden emplearse también los compuestos de las fórmulas
10. (301), (401), (502), (601), (603), (608), (611), (613) o
(614).

Ejemplo 20

Se prepara un baño de fulardeo disolviendo
en 1000 cc de agua descalcificada

15. 2,0 g del compuesto de la fórmula (201) y
2,0 g de un producto de adición de unos 35 moles
de óxido de etileno a 1 mol de alcohol octa-
decílico.

20. Con él se fulardea un tejido de polipropi-
leno, que luego se seca a 110° C. De este modo se logran
efectos blancos brillantes.

En lugar del compuesto de la fórmula (201)
pueden emplearse también los compuestos de las fórmulas
(301), (401), (502), (601), (602), (603) o (608) a (616).

Ejemplo 21

Se lava durante 30 minutos a temperatura de 60 a 95° C y con la relación de baño de 1:20 tela de algodón blanqueada. El baño de lavado contiene por litro

5. los aditivos siguientes:

0,04 g de un aclarador de la fórmula (102), (201), (301), (502), (601), (602), (603), (608), (609), (611) a (614) o (616) y

10. 4 g de un detergente en polvo de la composición siguiente:

40,0 % de escamas de jabón,

15,0 % de tripolifosfato sódico,

8,0 % de perborato sódico,

1,0 % de silicato de magnesio,

11,0 % de metasilicato sódico (9 H₂O),

15. 24,6 % de sosa calcinada y

0,4 % de ácido etilendiaminotetraacético.

Después de enjuagado y secado, el tejido de algodón presenta un efecto de aclaración intenso.

Ejemplo 22

20. Un artículo de tela de algodón con apresto "sin plancha" obtenido por medio de resina aminoplástica se lava durante 15 minutos y con la relación de líquido de 1:20 en un baño, caliente a 50° C, que contiene por litro los aditivos siguientes:

0,004 a 0,016 g de un aclarador de la fórmula (201),
(301), (401), (502), (601) a (603), (608),
(609), (612) a (614) o (616) y

4 g de un detergente en polvo de la composición

5.

siguiente:

15,00 % de sulfonato de dodecílbenzeno,

10,00 % de sulfonato sódico de laurilo,

40,00 % de tripolifosfato sódico,

25,75 % de sulfato sódico anhidro,

10.

7,00 % de metasilicato sódico,

2,00 % de carboximetilcelulosa y

0,25 % de ácido etilendiaminotetraacético.

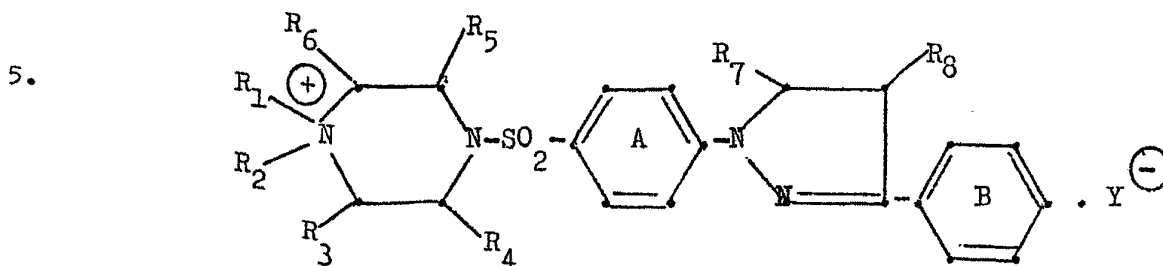
Después de enjuagado y secado, el tejido
presenta a la luz del día un contenido de blancura más
15. alto que el del material no tratado.

- . -

N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se de-
claran nuevas y de propia invención con prioridad de la so-
licitud de patente suiza nº 2849/75 depositada el 6 de
20. Marzo de 1975, las siguientes reivindicaciones:

1. Procedimiento para la preparación de
(pirazolinilfenilsulfonil)-piperacinas de la fórmula general



10. en la que los anillos

A y B pueden presentar sustituyentes no cromóforos y no ionógenos,

R₁ significa un radical alquílico o aralquílico, insustituido o sustituido, o bien un radical alquénílico,

15.

R₂ significa un radical alquílico, arílico o aralquílico insustituido o sustituido,

R₃, R₄, R₅ y R₆,

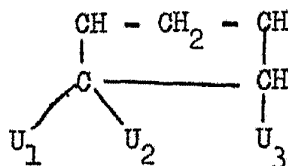
independientemente uno de otro, significan

20.

cada uno hidrógeno, halógeno o un radical alquílico, cicloalquílico, aralquílico o arílico,

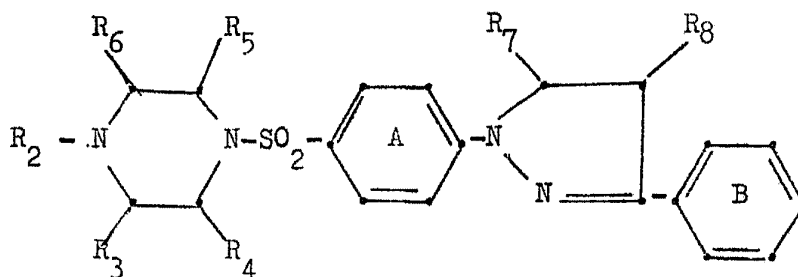
R₇ significa hidrógeno, un radical alquílico o fenílico insustituido o un radical fenílico sustituido con cloro, con alquilo o con alcóxilo, o bien junto con R₈ significa un radical de la fórmula

25.



(donde

5. U_1 representa hidrógeno ciano,
 U_2 representa hidrógeno, ciano, carboxilo, carboalcoxilo con 2 a 5 átomos de carbono, carboalcoxilo con 2 a 5 átomos de carbono hidroxí-substituido o carbamoilo, o bien junto con U_3 representa un radical bencénico yuxtacondensado, y
10. U_3 representa hidrógeno o carboalcoxilo con 2 a 5 átomos de carbono o bien junto con U_2 representa un radical bencénico yuxtacondensado),
15. R_8 significa hidrógeno, alquilo, junto con la posición orto del anillo B un puente etilénico o junto con R_7 el radical indicado antes e
20. Y significa halógeno, un radical de ácido alquilsulfónico, el radical de fenilsulfonato o un radical de fenilsulfonato substituido por halógeno y/o por alquilo inferior,
25. caracterizado por cuaternizarse un compuesto de la fórmula



en la que

R_2 a R_8 y los anillos A y B

tienen el mismo significado que se les
ha atribuido antes,

10.

por medio de un compuesto de la fórmula



en la que

R_1 e Y tienen el mismo significado que antes,

15.

cuya cuaternización se realiza preferentemente en un
disolvente inerte para los partícipes de la reacción,
a temperaturas de 0 a 200°C, y preferentemente de 20 a
150°C; y eventualmente tomando como disolvente el pro-
pio agente de cuaternización.

20.

2. Procedimiento para la preparación de
(pirazolinilfenilsulfonil)-piperacinas.

Según se describe y reivindica en la presente
memoria descriptiva que consta de 48 hojas foliadas y es-
critas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 5 de Marzo de 1976
p.a.

JAMES IGERN
P.P.

Firmado por JOSÉ F. NIETO