



(10) ES	(11) NUMERO 454845	(10) A3
(21)	(22) FECHA DE PRESENTACION 7-1-77	

Case 1-7775

PATENTE DE INTRODUCCION

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL D06L
--------------------------	---

(64) TITULO DE LA INVENCIÓN "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE MATERIALES ORGANICOS TEXTILES SINTETICOS O SEMISINTETICOS ABRILLANTADORES OPTICAMENTE"
--

(60) PATENTE EXTRANJERA U OTRA FUENTE DE INFORMACION Patente francesa nº 2 152 272 del 13 Septiembre 1972
--

(71) SOLICITANTE (S) CIBA-GEIGY AG

DOMICILIO DEL SOLICITANTE BASILEA (Suiza)
--

(72) INVENTOR (ES)

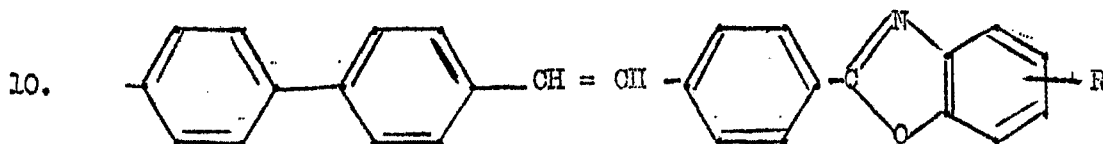
(73) TITULAR (ES) CIBA-GEIGY AG
--

(74) REPRESENTANTE D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial

MEMORIA DESCRIPTIVA

Esta invención se refiere a derivados de alquilbenzoxazolilestilbeno seleccionados y a su aplicación como
5. brillantadores ópticos para productos de polimerización, policondensación y poliadición orgánicos sintéticos, especialmente para materiales de poliéster.

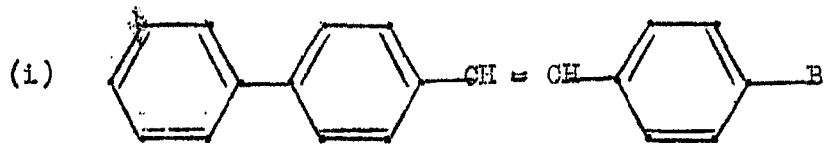
Ya se sabe que los compuestos de la fórmula general



son adecuados como brillantadores ópticos para los materiales orgánicos. Los compuestos de este tipo, es decir,
15. también aquellos compuestos en los que los que los sustituyentes R además de hidrógeno pueden representar varios radicales no-cromóforos en cualquier posición, proporcionaron resultados bastante satisfactorios cuando se descubrieron.

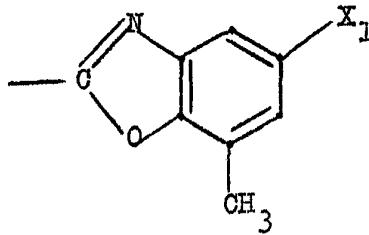
Desde entonces se ha encontrado que unos cuantos
20. compuestos seleccionados dentro de la estructura de la fórmula anterior tienen ventajas muy específicas, en comparación con los compuestos que se relacionan más estrechamente, las cuales consisten especialmente de efectos significativamente mayores y/o un rendimiento considerablemente mejorado y una resistencia o solidez al cloro
25. parcialmente mejorada.

Estos nuevos compuestos corresponden a la fórmula



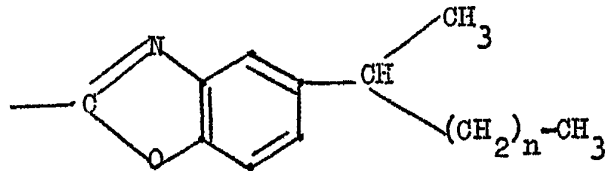
en donde B representa un radical de la fórmula

5.



o

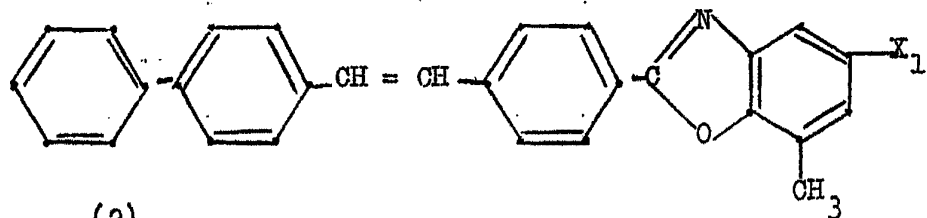
10.



en las que X_1 representa hidrógeno o un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono y n es 0 ó 1.

15.

Los compuestos seleccionados corresponden preferiblemente a la fórmula



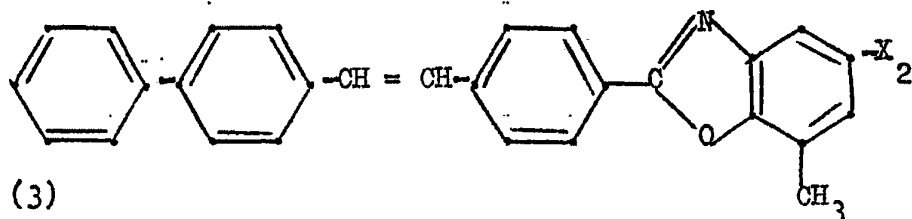
20.

en donde X_1 representa hidrógeno o un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

Estas substancias son particularmente adecuadas para el abrillantamiento óptico de substratos de poliéster tanto por el procedimiento de agotamiento a alta temperatura como mediante procedimiento de termofijación en foulard.

25.

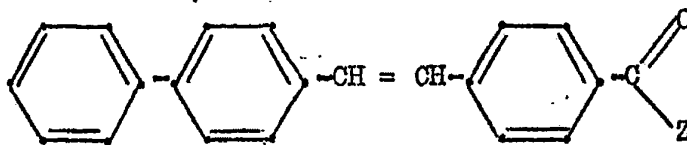
Los compuestos de la fórmula



5. en donde X_2 representa hidrógeno o metilo han demostrado que son especialmente valiosos.

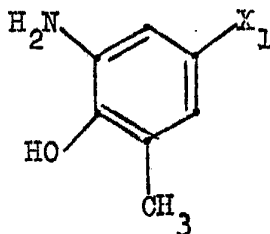
Los compuestos definidos previamente deben ser manufacturados análogamente a métodos de manufactura que son conocidos.

10. Por ejemplo, la preparación de estos compuestos se puede llevar a cabo mediante la ruta de cierre del anillo de oxazol en la etapa final. Según se ilustra por el ejemplo de los compuestos de la fórmula (2), la manufactura de estos compuestos se lleva a cabo de tal manera que
15. ácidos carboxílicos o haluros de ácidos carboxílicos de la fórmula



20. (4)

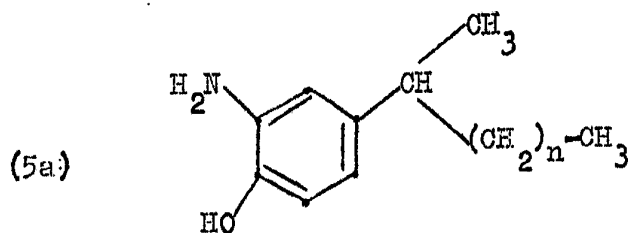
en donde Z representa hidroxilo o halógeno, preferiblemente cloro, son reaccionados con aminofenoles de la fórmula



- 25.

[en el caso de la manufactura de compuestos de acuerdo a

la fórmula (1), el aminofenol de la fórmula



5.

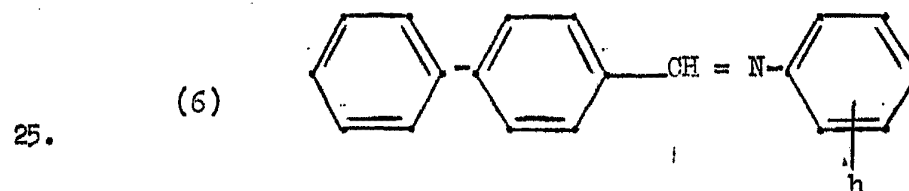
es empleado también de manera análoga, cuando sea apropiado].

10. La reacción entre los componentes particulares de las fórmulas (4) y (5) se puede llevar a cabo con o sin la separación intermedia de la etapa intermedia de la amida ácida, lo cual ocurre primeramente mediante calentamiento a temperaturas elevadas, por ejemplo, a temperaturas de 120 a 350°C., ventajosamente en un gas inerte, por ejemplo en una corriente de nitrógeno, en cuyo caso la reacción
15. se lleva a cabo, cuando sea apropiado, en la presencia de un catalizador. Catalizadores adecuados son, por ejemplo, ácido bórico, anhídrido de ácido bórico, cloruro de zinc, ácido p-toluensulfónico y también ácidos polifosfóricos incluyendo ácido pirofosfórico. Si se usa ácido bórico como
20. catalizador, se le emplea ventajosamente en una cantidad que varía desde 0,5 hasta 5%, con relación al peso total de la masa de reacción. También se pueden usar solventes orgánicos de alto punto de ebullición conjuntamente, tales como, por ejemplo, dimetilformamida, diclorobenceno, triclorobenceno y compuestos oxialifáticos, opcionalmente eteri-
25. ficados, por ejemplo, propilenglicol, éter monoetílico de etilenglicol o éter dietílico de dietilenglicol, y ésteres de alto punto de ebullición de ácido ftálico, por ejemplo

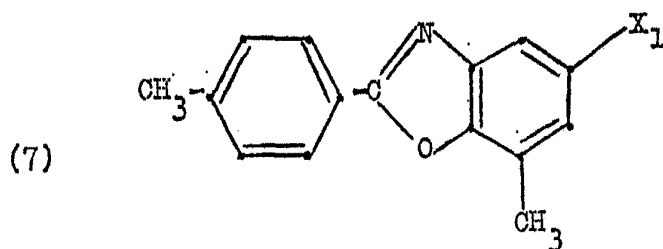
ftalato de dibutilo.

5. Si se usa un procedimiento de dos etapas, los haluros de ácido carboxílico de la fórmula (4) pueden ser condensados primeramente a temperaturas entre 100 y 200°C. con el compuesto o-amino de la fórmula (5) en la presencia de un solvente orgánico inerte, tal como tolueno, xilenos, clorobenceno, diclorobenceno, triclorobenceno o nitrobenceno, y los compuestos acílicos resultantes pueden ser convertidos en el producto final de acuerdo a la fórmula (2) ó (1) a temperaturas entre 150°C. y 350°C., opcionalmente en la presencia de un catalizador. Si se usan cloruros de ácido carboxílico como sustancias de partida, entonces éstos pueden ser manufacturados inmediatamente antes de la condensación con el compuesto -amino a partir del ácido carboxílico libre y cloruro de tionilo (opcionalmente con la adición de un catalizador tal como piridina), en el solvente en el cual subsecuentemente se lleva a cabo la condensación.
- 10.
- 15.

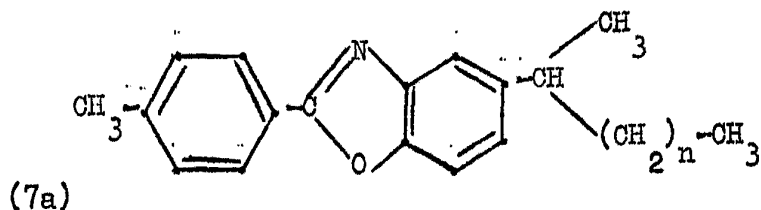
20. Otro método de manufactura importante consiste en la síntesis de acuerdo al principio de la "síntesis de anilo". De conformidad con este principio, un anilo de la fórmula



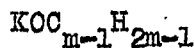
en donde h representa apropiadamente hidrógeno o cloro, es reaccionado con un compuesto metílico de la fórmula



5. o



10. en dimetilformamida como medio de reacción, en la presencia de un compuesto alcalino fuertemente básico. Mediante compuestos alcalinos fuertemente básicos deben entenderse aquellos compuestos de los metales alcalinos incluyendo los compuestos amónicos, que tienen una fuerza de base de por lo menos aproximadamente la del hidróxido de litio.
15. De acuerdo a ésto, estos compuestos pueden ser representados por litio, sodio, potasio, rubidio, cesio o amonio, por ejemplo, del tipo de los alcoholatos, hidróxidos, amidas, hidruros o sulfuros, o del tipo de intercambio iónico fuertemente básico. Ventajosamente se emplean los compuestos de potasio de la composición
- 20.



25. en donde m representa un entero de 1 a 6, tales como, por ejemplo, hidróxido de potasio o butilato de potasio terciario. En el caso de los alcoholatos alcalinos, amidas alcalinas (e hidruros) las reacciones se llevarán a cabo en un medio prácticamente anhidro, mientras que en el caso de

- Los hidróxidos alcalinos se permiten cantidades de agua de hasta 25% (por ejemplo, contenidos de agua de cristalización) En el caso del hidróxido de potasio se ha encontrado apropiado un contenido de agua de hasta aproximadamente 10%.
5. Como ejemplos de otros compuestos alcalinos que se pueden utilizar pueden mencionarse los siguientes: metilato de sodio, hidróxido de sodio, amida sódica, amida de litio, hidróxido de litio, hidróxido de rubidio, hidróxido de cesio y similares. Naturalmente, también es posible trabajar con mezclas de tales bases.
- 10.

- Los compuestos de la fórmula (7) son reaccionados apropiadamente con cantidades equivalentes de los anillos de aldehído, de manera que no hay presente ningún exceso significativo de cualquier componente. Ventajosamente se usa por lo menos la cantidad equivalente del compuesto alcalino, es decir, por lo menos un mol de un compuesto con, por ejemplo, un grupo KO a un mol del anillo aldehído. Si se usa hidróxido de potasio se usa una cantidad de 4 a 8 veces mayor. La reacción puede llevarse a cabo generalmente a temperaturas en la gama de aproximadamente 10 hasta 150°C.
15. Si se usan alcoholatos de potasio en la reacción, generalmente no es necesario aplicar calor. El procedimiento consiste, por ejemplo, en añadir el anillo aldehído a la mezcla del compuesto de la fórmula (7), el solvente y el alcoholato de potasio, a una temperatura entre 15 y 30°C., mientras se agita apropiadamente y en ausencia de aire, después de lo cual la reacción se lleva a cabo inmediatamente con un ligero aumento de temperatura. Si se usa hidróxido de potasio frecuentemente es necesario trabajar
- 20.
- 25.

a una temperatura elevada. Por ejemplo, la mezcla de reacción es añadida lentamente a una temperatura de 30 a 100°C. y después se mantiene durante algún tiempo, por ejemplo, de media a 2 horas, a esa temperatura. Los productos finales pueden ser aislados de la mezcla de reacción mediante métodos usuales que son ya conocidos.

5. Los nuevos compuestos definidos arriba poseen una fluorescencia más o menos pronunciada en el estado finamente dividido o disuelto. Aun cuando son adecuados preferiblemente para abrillantar fibras de poliamida y, más especialmente, para abrillantar fibras de poliéster, los nuevos compuestos se pueden usar para el abrillantamiento de los más diversos materiales orgánicos sintéticos o semisintéticos o sustancias que contienen tales materiales orgánicos.

10. Los siguientes grupos de materiales orgánicos, en los que el abrillantamiento óptico es importante, pueden ser mencionados a manera de ejemplo:

I: Materiales orgánicos sintéticos de alto peso molecular:

20. a) Productos de polimerización con base en compuestos orgánicos que contienen por lo menos un doble enlace de carbono o carbono polimerizable, es decir, sus homopolímeros o copolímeros así como también sus productos de tratamiento posterior tales como, por ejemplo, productos de entrelazamiento, injerto o degradación, y mezclas de polímeros o productos obtenidos mediante la modificación de grupos reactivos, por ejemplo, polímeros producidos a base de ácidos carboxílicos alfa,beta-insaturados o derivados

25.

- de tales ácidos carboxílicos, especialmente con compuestos acrílicos (tales como, por ejemplo, ésteres acrílicos, ácido acrílico, acrilonitrilo, acrilamidas y sus derivados o sus análogos metacrílicos), con hidrocarburos de olefinas (tales como, por ejemplo, etileno, propileno, estirenos o dienos, y los llamados polímeros ABS) y polímeros obtenidos con compuestos de vinilo y vinilideno (tales como, por ejemplo, cloruro de vinilo, alcohol vinílico, cloruro de vinilideno).
- 5.
10. b) Productos de polimerización que se obtienen mediante apertura de anillo, por ejemplo, poliamidas del tipo de policaprolactama y también polímeros que se obtienen tanto por la vía de poliadición como por la vía de policondensación, tales como poliéteres o poliacetales,
15. c) Productos de policondensación o precondensados obtenidos a base de compuestos bifundionales o polifuncionales que poseen grupos condensables, sus productos de homocondensación y co-condensación, y productos de tratamiento posterior, tales como, por ejemplo, poliésteres, especialmente poliésteres saturados (por ejemplo, poliésteres de ácido tereftálico y etilenglicol) o poliésteres insaturados (por ejemplo, policondensados de dialcohol de ácido maléico y también sus productos de entrelazamiento con monómeros vinílicos que pueden ser polimerizados en los mismos), poliésteres ramificados y no ramificados (incluyendo aquellos con base en alcoholes polihídricos tales como, por ejemplo, resinas alquídicas), poliamidas (por ejemplo, adipato de hexametilénfiamina), resinas de maleato, resinas de melamina, sus precondensados y análogos, polio-carbo-
- 20.
- 25.

natos y siliconas,

d) Productos de poliadición tales como poliuretanos (entrelazados y no entrelazados) y resinas epóxicas.

5. II. Materiales orgánicos semisintéticos, por ejemplo, ésteres de celulosa con distintos grados de esterificación (llamados 2 1/2-acetato o triacetato) o éteres de celulosa, celulosa regenerada (viscosa o celulosa cupramónica) o sus productos de tratamiento posterior, y plásticos de caseína.

10. Los materiales orgánicos que se van a abrillantar ópticamente pueden estar en los estados de procesamiento más diversos (materiales crudos, artículos semiacabados o artículos acabados). Por otra parte, pueden estar en la forma de estructura de las formas más diversas, es decir, por ejemplo, pueden estar predominantemente en la forma
15. de cuerpos tridimensionales tales como láminas, perfiles, molduras de inyección, varios artículos maquinados, virutas, gránulos o espumas, y también pueden estar predominantemente como cuerpos bidimensionales tales como películas, hojas muy delgadas, lacas, revestimientos, impregnaciones y recubrimientos, o predominantemente como cuerpos
20. monodimensionales tales como filamentos, fibras, tundiznos y alambres. Por otra parte, los materiales mencionados pueden estar en un estado no conformado, en las formas de
25. división homogéneas o heterogéneas más diversas tales como, por ejemplo, en la forma de polvos, soluciones, emulsiones, dispersiones, látices, pastas o ceras.

Por ejemplo, los materiales fibrosos pueden estar en la forma de filamentos sin fin (estirados o no estirados), fibras cortadas, tundiznos, madejas, filamentos textiles,

hilos, hebras, fibras, vellones, fieltros, huata, estructuras de tundiznos o telas textiles tejidas, laminados textiles o tejidos de punto.

5. El valor especial de los compuestos de conformidad con la invención yace en su adecuabilidad específica como abrillantadores ópticos para poliésteres saturados (por ejemplo, del tipo de tereftalato de polietileno) y poliamidas (por ejemplo, adipato de hexametildiamina).

10. Los compuestos de acuerdo a la invención son de importancia especial para el tratamiento de materiales textiles orgánicos, especialmente telas textiles tejidas.

15. Cuando se desea abrillantar ópticamente, de acuerdo a la invención, fibras que pueden ser fibras cortadas o filamentos tejidos en la forma de madejas, telas tejidas, tejidos de punto, vellones, substratos de tundiznos o laminados, el abrillantamiento óptico se lleva a cabo ventajosamente en un medio acuoso en el cual los compuestos en cuestión están presentes en una forma finamente dividida (suspensiones, o posiblemente soluciones). Si se desea durante
20. el tratamiento se pueden añadir agentes dispersantes tales como jabones, éteres poliglicólicos de alcoholes grasos, aminas grasas o alquifenoles, licores de sulfito de celulosa agotados o productos de condensación de ácidos naftalensulfónicos opcionalmente alquilados con formaldehído.

25. Se ha encontrado que es particularmente útil llevar a cabo los tratamientos en un baño neutro o débilmente alcalino o ácido. De igual manera, es ventajoso si el tratamiento se lleva a cabo a temperaturas elevadas de aproximadamente 70 a 150°C, por ejemplo, a aproximadamente la temperatura

- de ebullición del baño. A temperaturas mayores de 100°C., por ejemplo, 130°C., el tratamiento se lleva a cabo en un sistema cerrado. También se pueden usar soluciones en solventes orgánicos para el acabado de acuerdo a la invención,
5. tal como el que se practica en la técnica de teñidos, por ejemplo con substratos de poliamida y poliéster, en el llamado teñido con solvente (aplicación de termofijación en foulard, o procedimientos de teñido por agotamiento en máquinas de teñido a tambor).
10. Los nuevos abrillantadores ópticos a usarse de acuerdo a la invención, sin embargo, pueden ser también añadidos a, o incorporados en, los materiales antes o durante su conformación. Por lo tanto, estos abrillantadores ópticos pueden ser añadidos a la composición de moldeo por compresión o a la composición de moldeo por inyección
15. durante la manufactura de películas, hojas delgadas, cintas o molduras, o se pueden disolver o dispersar en la solución de hilatura antes de llevar a cabo ésta, o se puede proporcionar una dispersión fina homogénea de cualquier otra manera. Los abrillantadores ópticos también pueden
20. ser añadidos a las sustancias de partida, a mezcla de reacción o a productos intermedarios para la manufactura de materiales orgánicos totalmente sintéticos o semisintéticos, esto es, antes o durante la reacción química,
25. por ejemplo en una policondensación (incluyendo precondensación), en una polimerización (incluyendo prepolímeros) o en una poliadición.

Los nuevos abrillantadores ópticos de acuerdo a la presente invención también pueden ser empleados, por

ejemplo, en las siguientes formas de uso:

- a) Mezclados con colorantes (en matizado) o pigmentos (colorantes pigmentarios o especialmente, por ejemplo, pigmentos blancos), o como un aditivo para baños colorantes, 5. pastas de estampado, pastas de descarga o pastas de reserva. También para el tratamiento posterior de tejidos, estampados o estampados de descarga.
- b) Mezclados con los llamados "vehículos", agentes humectantes, plastificantes, agentes hinchadores, antioxidantes, agentes para protección contra la luz, termoestabilizadores y agentes de blanqueo químico (blanqueadores de clorito y aditivos para baños de blanqueo). 10.
- c) Mezclados con agentes de entrelazamiento o acabados (por ejemplo, con almidón o acabados sintéticos), y en 15. combinación con los más diversos procedimientos de acabado textil, tales como, por ejemplo, acabados para ignifugación, acabados para tacto suave, acabados para repelencia de suciedad o acabados antiestáticos, o acabados antimicrobianos.
- d) Incorporación de los abrillantadores ópticos en 20. vehículos poliméricos (productos de polimerización, policondensación o poliadición), o en una forma disuelta o dispersada, por ejemplo, para usarse en composiciones de revestimiento, composiciones de impregnación o aglutinantes 25. (soluciones, dispersiones y emulsiones) para textiles, vellones, papel y cuero.
- e) Como aditivos a las llamadas "mezclas maestras".
- f) Como aditivos a los productos industriales más diversos a fin de hacerlos comerciales (por ejemplo, para

mejorar la apariencia de los pigmentos).

g) En combinación con otras sustancias para abrillantamiento óptico.

- h) En preparaciones de baños de hilatura, esto es, como aditivos a baños de hilatura tales como los que se usan para mejorar el deslizamiento para el procesamiento ulterior de fibras sintéticas, o desde un baño especial antes del estiramiento de las fibras.
- 5.

- En la aplicación preferida, a saber, para el
10. abrillantamiento de fibras de poliéster, los abrillantadores pueden ser convertidos en totalmente efectivos mediante un tratamiento posterior. Esto puede representar, por ejemplo, un tratamiento químico (por ejemplo, tratamiento con clorito), un tratamiento térmico (por ejemplo, aplicando calor) o un tratamiento químico/térmico combinado.
15. Por lo tanto, el procedimiento apropiado a seguir en el abrillantamiento óptico de fibras de poliéster con los abrillantadores de acuerdo a la invención consiste en impregnar estas fibras con las dispersiones acuosas (cuando sea apropiado, con las soluciones) de los abrillantadores
20. a temperaturas inferiores de 75°C, por ejemplo a la temperatura de ambiente, y someterlas a un tratamiento térmico en seco a temperaturas superiores de 100°C., siendo generalmente recomendables además secar el material fibroso
25. previamente a una temperatura moderadamente elevada, por ejemplo, a una temperatura no menor de 60°C. y de hasta aproximadamente 130°C. El tratamiento térmico en el estado seco se lleva a cabo ventajosamente a temperaturas entre 120 y 225°C., por ejemplo, mediante calentamiento en

- una cámara de secado, mediante planchado dentro de una gama de temperatura específica o mediante tratamiento con vapor sobrecalentado seco. El secado y el tratamiento térmico en seco se pueden llevar a cabo también en sucesión inmediata o pueden ser combinados en una sola etapa del procedimiento.
- 5.

- La cantidad de los nuevos abrillantadores ópticos que se va a usar de acuerdo a la invención, con relación al material que se desee abrillantar ópticamente, puede variar dentro de límites muy amplios. Un efecto distintivo y duradero se logra fácilmente con cantidades muy pequeñas, en algunos casos, por ejemplo, con cantidades de 0.0001% por peso. Sin embargo, también se pueden emplear cantidades de hasta aproximadamente 0.8% por peso y, cuando sea apropiado, de hasta aproximadamente 2% por peso.
- 10.
- 15.
- Para los propósitos más prácticos se prefieren cantidades entre 0.0005 y 0.5% por peso.

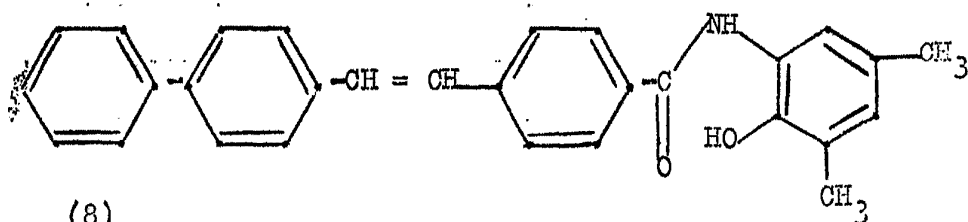
- En los ejemplos, a menos que se indique lo contrario, las partes están proporcionadas siempre por peso y los porcentos están proporcionados en por ciento por peso. A menos que se indique lo contrario los puntos de fusión y las temperaturas de ebullición están sin corregir.
- 20.

Ejemplos de Manufactura:

Método A:

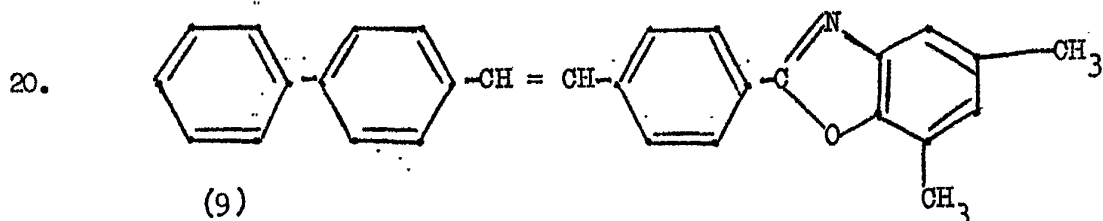
- 25.
- 16 g. de cloruro de ácido 4'-fenilestilben-4-carboxílico son disueltos en 500 ml. de tolueno bajo reflujo. Subsecuentemente se añade una solución caliente de 7.6 g. de 2-amino-4,6-dimetilfenol en 150 ml. de tolueno, gota a gota y en un lapso de aproximadamente 10 minutos bajo ni-

trógeno. La suspensión que se forma es mantenida subsecuentemente bajo nitrógeno. La suspensión que se forma es mantenida subsecuentemente bajo reflujo durante 6 horas, se enfría a la temperatura del hielo y se filtra. De esa manera se obtienen 20.5 g. del producto intermedio de la fórmula



con punto de fusión de 258 - 260°C.

20.5 g. del compuesto anterior en 200 ml. de triclorobenceno en presencia de 0.6 g. de ácido bórico anhidro son calentados durante 3 horas a la temperatura de reflujo en un aparato con un separador de agua, sin purificación intermedia. La mezcla es filtrada después de enfriar a 15°C. El residuo es recrystalizado de nonano y de esa manera se obtienen 12.5 g. del compuesto de la fórmula

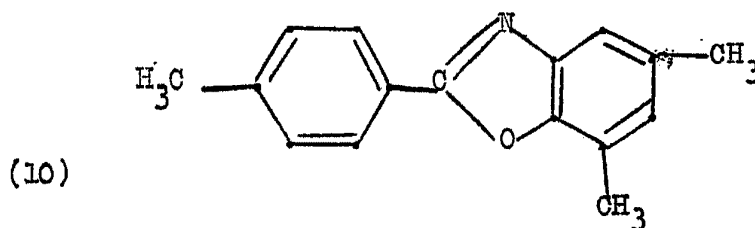


que funde a 190 - 192°C. para dar una mezcla derretida muy turbia; la mezcla se aclara a aproximadamente 280°C.

25. Si la preparación de la amida se lleva a cabo en triclorobenceno a 170°C. en lugar de en tolueno, el cierre del anillo para dar el producto final también se puede llevar a cabo sin aislación de la amida.

Método B:

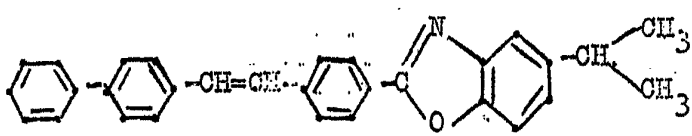
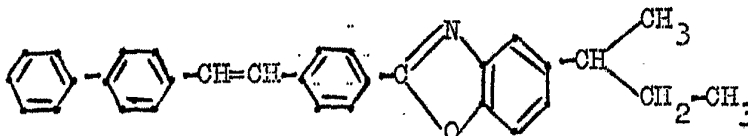
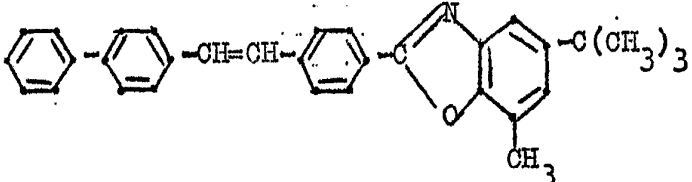
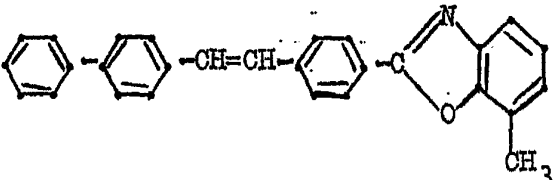
5. 16.4 g. de ácido p-tolúico y 16.7 g. de 2-amino-4,6-dimetilfenol en 150 ml. de diclorobenceno en la presencia de 0.5 ml. de piperidina son calentados a 150°C. bajo nitrógeno en un aparato con un separador de agua. En el curso de 2 horas la temperatura es aumentada a 180°C., se le añade 1 g. de ácido bórico anhidro y la mezcla es calentada durante 2 horas a la temperatura de reflujo. Después de remover el solvente mediante destilación con vapor se obtienen 24.9 g. del compuesto
- 10.



15. el cual funde a 84 - 87°C después de una sola recristalización de acetona-agua.
20. 23.7 g. del compuesto anterior son agitados junto con 29.2 g. de 4-formilbenzaldehído-4'-cloraniilo en 400 ml. de dimetilformamida anhidra a 20 - 25°C. bajo nitrógeno, y se le añaden 22.5 g. de hidróxido de potasio. La mezcla es calentada durante 2 horas a 40 - 45°C., se vierte en 1,000 g. de una mezcla de agua con hielo a la cual se le han añadido 200 ml. de ácido clorhídrico concentrado, el producto es removido por filtración, se lava con agua
25. hasta que se neutraliza y se enjuaga con 100 ml. de isopropanol. El producto crudo es disuelto subsecuentemente en tolueno, se le remueve el color con tierra de batán y la solución es mezclada con un volumen igual de isopropanol.

Después de enfriar, filtrar y enjuagar con isopropanol, se obtienen 21.7 g. del compuesto (9), el cual tiene el mismo punto de fusión que el compuesto obtenido de acuerdo al método A.

5. Los siguientes compuestos se obtienen de manera análoga:

Compuesto	Método	Punto de Fusión (°C)
	A	216-217° (muy turbio) -282° (claro)
	A	202-262°
	A	201-203°
	A,B	192-193° (ligeramente turbio)- -215°

20. Ejemplos de Aplicación:

Ejemplo 1

Se prepara un baño usando agua desionizada que contiene 0.16% por litro (con relación al peso de la fibra

de la tela que se va a abrillantar) (del compuesto de la fórmula (9) (predispersado con un poco de agua y aproximadamente un gramo de un agente dispersante tal como, por ejemplo, un alcohol estearílico etoxilado) y aproximadamente 2 gramos de un vehículo. Como vehículo se puede usar, por ejemplo, una mezcla de bencensulfonato de dodecilo (en la forma de la sal trietanolamina), ácido ricinoléico etoxilado, n-hexanol y etilenglicol en 1,2,4-triclorobenceno.

5. La tela de poliéster es introducida a 40°C. a una proporción de licor de 1:25; la temperatura es aumentada a 97°C. en un lapso de 30 minutos y se mantiene esta temperatura durante otros 30 minutos. Después de enjuagar y secar se obtiene una tela de poliéster muy abrillantada. Los compuestos de las fórmulas (11), (12), (13) ó (14) también pueden ser usados de manera similar.

Resultados:

Compuesto N°:	Control	(9)	(11)	(12)	(13)	(14)
Grado de blancura ¹⁾ :	90	250	220	235	235	255

1)

20. Valores de acuerdo con la escala de blancura de CIBA (véase, por ejemplo, Fette, Seifen und Anstrichmittel, (Fats, Soaps and Paints), Vol. 11, p. 881 ff [1968])

Ejemplo 2.

25. Una tela de poliéster es tratada en un autoclave a una proporción de licor de 1:25 en un baño de la siguiente composición: 0.16% (con relación al peso de la fibra de la tela que se va a abrillantar) del compuesto de la fórmula (9) en una forma finamente dispersada, 1.0 g. de un alcohol estearílico etoxilado, 1,000 ml. de agua desio-

nizada.

5. La tela es calentada en el curso de 30 minutos desde 40°C. a 115°C., se deja durante otros 30 minutos a 115°C, y después se enfría, se enjuaga y se seca. De esa manera se obtiene una tela de poliéster blanca, muy brillante.

De manera similar también se pueden usar los compuestos de las fórmulas (11), (12), (13) ó (14).

Resultados:

10.	Compuesto N°:	Control	(9)	(11)	(12)	(13)	(14)
	Grado de blancura ¹⁾ :	90	260	265	260	260	267.5

1) Véase la anotación del Ejemplo 1.

Ejemplo 3.

15. Una tela de poliéster (por ejemplo "Dacron") es teñida en foulard a temperatura de ambiente (aproximadamente 20°C.) con una dispersión acuosa, que contiene 1.6 g. por litro de los compuestos de las fórmulas (9) ó (14) y un gramo de un producto de adición de aproximadamente 35 moles de óxido de etileno con 1 mol de alcohol octadecílico,

20. y la tela es dejada a aproximadamente 100°C. El material seco es sometido subsecuentemente a un tratamiento térmico durante 30 segundos a aproximadamente 160°C. La tela de poliéster tratada de esta manera exhibe un efecto de abrillantamiento óptico pronunciado;

25. Resultados:

	Compuesto N°:	Control	(9)	(14)
	Grado de blancura ¹⁾ :	90	240	245

1) Véase la anotación del Ejemplo 1.

También se obtienen resultados similares con los compuestos de las fórmulas (10) hasta (13).

Ejemplo 4.

5. Las siguientes cantidades por litro son requeridas para teñir en foulard de acuerdo al Ejemplo 3 a fin de obtener un grado de blancura de 240¹⁾ a una temperatura de fijación de 180°C.:

Compuesto N°:	(9)	(11)	(12)	(13)	(14)
Cantidad (en gramos)	0.7	0.9	1.2	0.9	0.8

10. Si se usan compuestos similares que no están cubiertos por esta patente se requieren dos gramos o más por litro para el mismo efecto.

1) Véase la anotación para el Ejemplo 1.

Ejemplo 5.

15. Una mezcla íntima de 100 partes de cloruro de polivinilo, 3 partes de estabilizador (Advastat BD 100; complejo de Ba/Cd), 2 partes de dióxido de titanio, 59 partes de ftalato de dioctilo y 0.01 a 2.0 parte de uno de los compuestos de las fórmulas (9), (12) ó (14) es calandrada
20. para formar una película en una calandra a una temperatura de 150 a 155°C. La película opaca de cloruro de polivinilo que se obtiene de esa manera posee una blancura muy superior en comparación a una película que no contiene el abrillantador óptico.

25. Ejemplo 6.

100 partes de poliestireno y 0.1 parte del compuesto de la fórmula (12) son fundidas durante 20 minutos a 210°C. en un tubo de un centímetro de diámetro en ausen-

cia de aire. Después de enfriar se obtiene una composición de poliestireno abrigantada ópticamente de buena solidez o resistencia a la luz. También se obtienen resultados similares cuando se usa el compuesto N^o. 14.

5. Ejemplo 7.

1.5 g. de un delustrante, 1 g. de dióxido de titanio (tipo rutilo) y 0.05 g. de uno de los compuestos de las fórmula (11) ó (13) son agitados en una composición de revestimiento de poliuretano que consiste de 13.3 g. de un poliéster modificado con isocianato, 26.7 g. de acetato de etilo, 2 g. de un acelerador de reacción y 2 g. de un isocianato polifuncional como agente de entrelazamiento. Se permite que esta mezcla repose durante 2 horas y después se esparce con una cuchilla de revestimiento o una varilla para estiraje de películas sobre una tela de algodón (el espesor de la película húmeda es 1 mm.). Después se seca el revestimiento durante 24 horas a la temperatura de ambiente. La tela revestida de esa manera muestra un efecto de abrigantamiento óptico marcado con buena solidez a la luz.

10.

20.

Ejemplo 8.

100,000 gramos de una poliamida en la forma de virutas, manufacturada de manera conocida a partir de adipato de hexametildiamina, son mezclados con 30 g. de dióxido de titanio (modificación de rutilo) y 5 g. de uno de los compuestos de las fórmulas (9), (11), (12) ó (13) durante 12 horas en un tambor giratorio. Las virutas tratadas de esa manera son derretidas en una olla, se calientan a 300 - 310°C. con aceite o con vapor difenílico, después de des-

25.

- plazar el oxígeno de la atmósfera utilizando vapor, y se agita durante media hora. La masa derretida es extruída posteriormente a través de una tobera a una presión de nitrógeno de 5 atmósferas manométricas, y el filamento frío, según se ha hilado, es enrollado en una bobina. Las fibras que se forman exhiben un efecto de abrillantamiento excelente de buena solidez a la luz.

- 5.
- Si se usa una poliamida manufacturada a partir de épsilon-caprolactama en lugar de una poliamida manufacturada a partir de adipato de hexametilendiamina se obtienen resultados análogamente buenos.

10. Ejemplo 9.

15. 100 gramos de gránulos de poliéster que consisten de un poliéster de etilenglicol-ácido tereftálico son mezclados íntimamente con 0.05 g. de uno de los compuestos de las fórmulas (9), (11) ó (14), y se derriten a 285°C. con agitación. Después de hilar a través de toberas usuales se obtienen fibras de poliéster con mucho abrillantamiento.

20. Los compuestos de las fórmulas (9), (11) ó (14) también pueden ser añadidos a las sustancias de partida antes o durante la policondensación para formar el poliéster.

Ejemplo 10.

25. Fibras de polipropileno o fibras de polietileno son tratadas durante 60 minutos a una temperatura de 60 a 100°C. en un baño que contiene 5 g. por litro de un producto de adición de aproximadamente 35 moles de óxido de etileno con 1 mol de alcohol octadecílico y 0.5 g. de

- fosfato trisódico con 0.02 a 0.4% de uno de los compuestos de las fórmulas (9), (11) ó (12), a una proporción de licor de 1:40. Después se enjuaga el material y se seca. Las fibras de poliolefina que se obtienen de esa manera exhiben una blancura significativamente mayor que las fibras no tratadas.
- 5.

Si se usa un gramo de ácido fórmico al 85% en lugar de 0.5 g. de fosfato trisódico se obtiene un efecto similar.

10. Los compuestos de las fórmulas (9), (12), (13) o (14) son especialmente adecuados para abrillantar fibras de poliolefina mediante el procedimiento de foulard.

Ejemplo 11.

- Un tejido de fibra de poliamida (Perlon) es introducido a una proporción de licor de 1:40 a 60°C. en un baño, que contiene 0.1% de uno de los abrillantadores de las fórmulas (9), (11), (13) o (14) y 1 g. por litro de ácido acético al 80% y 0.25 g. por litro de un producto de adición de 30 a 35 moles de óxido de etileno con 1 mol de alcohol estearílico técnico (con relación al peso del material). El baño es calentado hasta la temperatura de ebullición en un lapso de 30 minutos y se mantiene a esta temperatura durante otros 30 minutos. Después de enjuagar y de secar se logra un efecto de abrillantamiento muy marcado de buena solidez a la luz.
- 15.
- 20.
- 25.

Si se usa una tela de poliamida 66 (Nylon) en lugar de una tela de poliamida 6 se logran efectos de abrillantamiento similarmente buenos.

También es posible proceder bajo condiciones III,

es decir, durante 30 minutos a 130°C. Se recomienda la adición de 3 g./litro de hidrosulfito al licor para esta forma de aplicación.

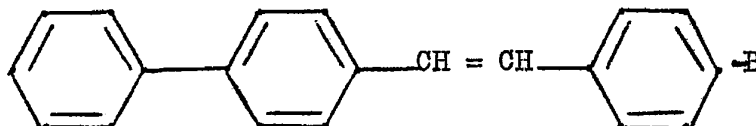
Los compuestos de las fórmulas (12) o (14) son particularmente adecuados para abrillantar fibras de poli-
5. amida mediante el procedimiento de foulard.

= . =

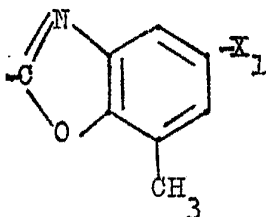
REIVINDICACIONES

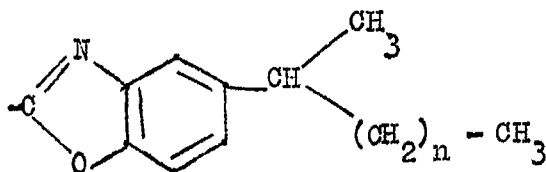
Descrito el objeto de la presente invención se de-
10. claran nuevas y de propia invención las siguientes rei-
vindicações.

1. Procedimiento para la preparación de materia-
les orgánicos textiles sintéticos ó semisintéticos abri-
llantados ópticamente caracterizado en que se trata el mate-
15. rial, antes o durante su conformación, bien sobre los ma-
teriales de partida o sobre los compuestos intermediarios
y de un modo especial cuando adopta la forma de fibras,
con proporciones comprendidas entre 0,0001% y 2%, y pre-
ferentemente entre 0,0005% y 0,5%, en peso respecto al ma-
20. terial sometido a tratamiento de un derivado de alquil-
-benzoxazolilestilbeno de la fórmula general



25. en donde B representa un radical de la fórmula

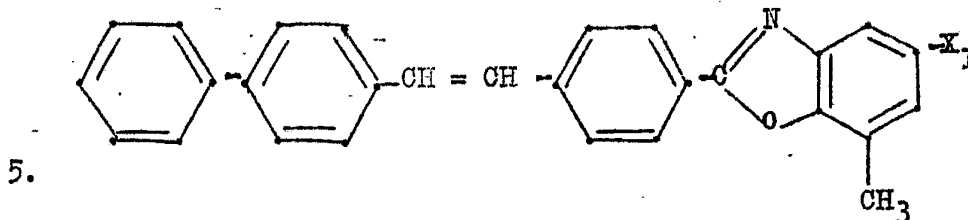




5. en donde X₁ representa hidrógeno o un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono y n es 0 ó 1, para cuya realización el compuesto de la fórmula general citada se dispone en forma finamente dividida, eventualmente en presencia de dispersantes, y preferentemente, para el tratamiento del material en forma de fibras, en un baño neutro, debilmente alcalino o ácido, en el cual se lleva a cabo, ventajosamente a temperaturas desde 70°-150°C hasta la de ebullición del baño, cuando en el tratamiento se sigue el método de extracción cuyo baño, opcionalmente, puede comprender disolventes orgánicos o bien a temperatura inferior a 75°C, de preferencia a temperatura ambiente, en el caso de tratamiento por el método fulardec sometién dose posteriormente el material tratado, una vez seco, a un tratamiento térmico a temperaturas superiores a 100°C, de preferencia entre 120° y 225°C, cuyo proceso de secado y tratamiento térmico final puede, opcionalmente, verificarse en una sola etapa ó en dos etapas sucesivas.
2. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque en su realización se seleccionan preferentemente como materiales orgánicos textiles para ser sometidos al tratamiento citado en dicha reivindicación 1, los poliésteres y en calidad de brillantadores ópticos para dicho tratamiento, aquellos de según la fórmula

A

general dada, que responden a la estructura



en donde X_1 representa hidrógeno o un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, conduciéndose el proceso bajo las condiciones citadas en sistemas de termofijación en foulard ó de agotamiento de alta temperatura.

10. 3. Procedimiento para la preparación de materiales orgánicos textiles sintéticos o semisintéticos abri-llantados ópticamente.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 28 páginas foliadas y

15. escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 7 ENE. 1977

P. S.

p.p. JAIME ISERN

Elmado: JOSE F. NIETO