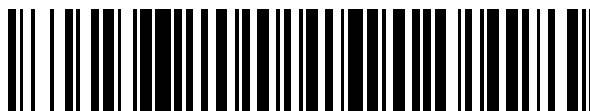


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 525 151**

51 Int. Cl.:

C07D 251/68 (2006.01)

C11D 3/42 (2006.01)

D21H 21/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.04.2011** **E 11003442 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.10.2014** **EP 2518058**

54 Título: **Nuevos derivados de bis-(triacinilamino)-estilbeno**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
18.12.2014

73 Titular/es:

CLARIANT INTERNATIONAL LTD. (100.0%)
Rothausstrasse 61
4132 Muttenz , CH

72 Inventor/es:

KLEIN, CÉDRIC;
REVEAUD, FREDERIC;
JACKSON, ANDREW CLIVE y
ATKONSON, DAVID

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 525 151 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Nuevos derivados de bis-(triacinilamino)-estilbeno

Antecedentes de la invención

- 5 Los agentes abrillantadores ópticos (OBA, por sus siglas en inglés) del tipo de bis-(triacinilamino)-estilbeno se usan ampliamente para abrillantar fibras celulósicas naturales y regeneradas, fibras de poliamida y poliuretano naturales y sintéticas y preparaciones de pigmento naturales o sintéticas, materiales textiles y papel.

El uso de altas concentraciones de agentes abrillantadores ópticos en aplicaciones de revestimiento puede conducir a que el sustrato tome un tono verdoso, particularmente en los casos en los que la formulación de revestimiento no contiene aglutinante sintético.

- 10 Un método que se ha usado para resolver este problema es usar una formulación de revestimiento que contiene una alta proporción de un vehículo tal como polietilenglicol.

DE-2 335 570 A1 divulga derivados de bis-(triacinilamino)-estilbeno en los que ambos radicales triacinilo están directamente sustituidos con polietilenglicoles. Sin embargo, solo se presentan cadenas cortas que contienen de 1 a 3 unidades etoxiladas.

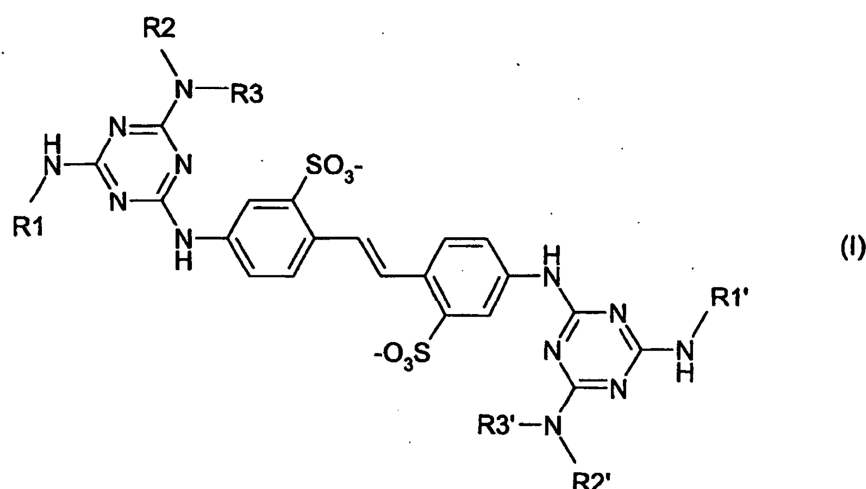
- 15 US-6 596 864 B1 divulga derivados de bis-(triacinilamino)-estilbeno en los que ambos radicales triacinilo están sustituidos con polietilenglicoles que tienen hasta 35 unidades etoxiladas.

GB-997 175 A divulga derivados de bis-(triacinilamino)-estilbeno en los que ambos radicales triacinilo están sustituidos con polietilaminas. Sin embargo, solo se presentan cadenas cortas que contienen de 1 a 4 unidades etoxiladas.

- 20 Se ha encontrado ahora que es posible elaborar una nueva clase de OBA basados en bis-(triacinilamino)-estilbeno que están sustituidos en los anillos de triacina con polietilaminas de alto peso molecular que proporcionan un comportamiento sustancialmente mejorado, particularmente en aplicaciones de revestimiento sin aglutinante secundario.

Descripción de la invención

- 25 Por lo tanto, la presente invención proporciona agentes abrillantadores ópticos de fórmula (I)

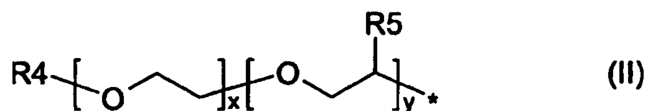


en los que

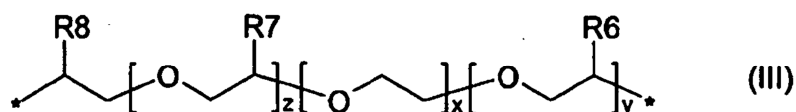
- 30 la carga aniónica en el abrillantador está equilibrada por una carga catiónica compuesta por uno o más cationes idénticos o diferentes seleccionados del grupo que consiste en hidrógeno, un catión de metal alcalino, un metal alcalinotérreo, amonio, amonio que está mono-, di-, tri- o tetrasustituido con un radical alquilo lineal o ramificado C₁-C₄, amonio que está mono-, di-, tri- o tetrasustituido con un radical hidroxialquilo lineal o ramificado C₁-C₄, amonio

que está di-, tri- o tetrasustituido con una mezcla de un radical alquilo lineal o ramificado C₁-C₄ y un radical hidroxialquilo lineal o ramificado o mezclas de dichos compuestos,

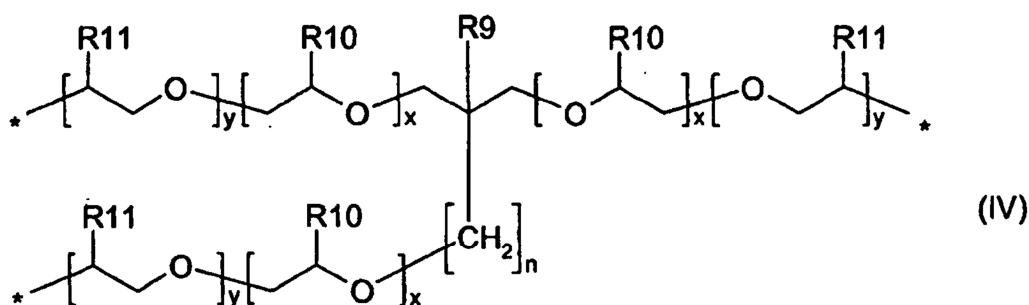
R1 y R1' pueden ser iguales o diferentes y significan un radical de fórmula (II)



5 o R1 junto con R1' significan un radical de fórmula (III)



o R1 junto con R1' significan un radical de fórmula (IV)



o mezclas de dichos compuestos

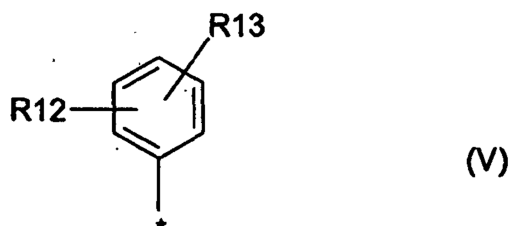
10 R2 y R2' pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, alquilo lineal o ramificado C₁-C₄, hidroxialquilo lineal o ramificado C₂-C₄, -CH₂CO₂⁻, -CH₂CH₂CONH₂ o -CH₂CH₂CN,

o R2 y R2' significan un radical de fórmula (II)

o R2 junto con R2' significan un radical de fórmula (III),

o R2 junto con R2' significan un radical de fórmula (IV),

15 o R2 y R2' significan un radical de fórmula (V),



o mezclas de dichos compuestos

R3 y R3' pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, alquilo lineal o

ramificado C₁-C₄, hidroxialquilo lineal o ramificado C₂-C₄, -CH₂CO₂⁻, -CH(CO₂⁻)CH₂CO₂⁻, -CH(CO₂⁻)CH₂CH₂CO₂⁻, -CH₂CH₂SO₃⁻, -CH₂CH₂CO₂⁻, -CH₂CH(CH₃)CO₂⁻, bencilo, o mezclas de dichos compuestos,

o R₂ y R₃ y/o R₂' y R₃' junto con el átomo de nitrógeno próximo significan un anillo de morfolina, piperidina, piperacina, pirrol o pirrolidina o mezclas de dichos compuestos

- 5 R₁₂ y R₁₃ pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, un radical alquilo lineal o ramificado C₁-C₆, halógeno, -SR₁₄, -OR₁₅, -NR₁₆R₁₇, -CONR₁₈R₁₉, -COR₂₀, -SO₂NR₂₁R₂₂, -CN, -CO₂⁻, -SO₃⁻ o mezclas de dichos compuestos

R₄, R₅, R₆, R₇, R₈, R₉, R₁₀, R₁₁, R₁₄, R₁₅, R₁₆, R₁₇, R₁₈, R₁₉, R₂₀, R₂₁ y R₂₂ pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, fenilo o un radical alquilo lineal o ramificado C₁-C₂₅,

- 10 se prefiere que R₅, R₆, R₇, R₈, R₁₀ y R₁₁ sean CH₃ o H y se prefiere especialmente que sean CH₃

o mezclas de dichos compuestos,

x, y y z pueden ser iguales o diferentes y cada uno está en el intervalo de 0 a 200 con la condición de que x+y+z ≥ 5

n puede estar en el intervalo de 0 a 4

o mezclas de dichos compuestos.

- 15 Compuestos preferidos de fórmula (I) son aquellos en los que la carga aniónica en el abrillantador está equilibrada por una carga catiónica compuesta por uno o más cationes idénticos o diferentes seleccionados del grupo que consiste en hidrógeno, Li, Na, K, Ca, Mg, amonio, amonio que está mono-, di-, tri- o tetrasustituido con un radical alquilo lineal o ramificado C₁-C₄, amonio que está mono-, di-, tri- o tetrasustituido con un radical hidroxialquilo lineal o ramificado C₁-C₄, amonio que está di-, tri- o tetrasustituido con una mezcla de un radical alquilo lineal o ramificado C₁-C₄ y un radical hidroxialquilo lineal o ramificado o mezclas de dichos compuestos,

- 20 C₁-C₄ y un radical hidroxialquilo lineal o ramificado o mezclas de dichos compuestos,

R₁ y R₁' pueden ser iguales o diferentes y significan un radical de fórmula (II)

o R₁ junto con R₁' significan un radical de fórmula (III)

o R₁ junto con R₁' significan un radical de fórmula (IV)

o mezclas de dichos compuestos

- 25 R₂ y R₂' pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, metilo, etilo, propilo, butilo, isopropilo, isobutilo, 2-hidroxietilo, 2-hidroxipropilo, -CH₂CO₂⁻, -CH₂CH₂CONH₂ o -CH₂CH₂CN,

o R₂ y R₂' significan un radical de fórmula (II)

o R₂ junto con R₂' significan un radical de fórmula (III)

o R₂ junto con R₂' significan un radical de fórmula (IV)

- 30 o R₂ y R₂' significan un radical de fórmula (V),

o mezclas de dichos compuestos

R₃ y R₃' pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, metilo, etilo, propilo, butilo, isopropilo, isobutilo, 2-hidroxietilo, 2-hidroxipropilo, -CH₂CO₂⁻, -CH(CO₂⁻)CH₂CO₂⁻, -CH(CO₂⁻)CH₂CH₂CO₂⁻, -CH₂CH₂SO₃⁻, -CH₂CH₂CO₂⁻, -CH₂CH(CH₃)CO₂⁻, bencilo,

- 35 o mezclas de dichos compuestos,

o R₂ y R₃ y/o R₂' y R₃' junto con el átomo de nitrógeno próximo significan un anillo de morfolina, piperidina o pirrolidina

o mezclas de dichos compuestos

R12 y R13 pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, 2-etilhexilo, F, Cl, Br, I, -SR14, -OR15, -NR16R17, -CONR18R19, -COR20, -SO₂NR21R22, -CN, -CO₂⁻, -SO₃⁻

o mezclas de dichos compuestos

- 5 R4, R5, R6, R7, R8, R9, R10, R11, R14, R15, R16, R17, R18, R19, R20, R21 y R22 pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, fenilo o un radical alquilo lineal o ramificado C₁-C₂₀

se prefiere que R5, R6, R7, R8, R10 y R11 sean CH₃ o H y se prefiere especialmente que sean CH₃

o mezclas de dichos compuestos,

x, y y z pueden ser iguales o diferentes y cada uno está en el intervalo de 0 a 200 con la condición de que x+y+z ≥ 5

- 10 n puede estar en el intervalo de 0 a 4

o mezclas de dichos compuestos.

Compuestos de fórmula (I) más preferidos son aquellos en los que

la carga aniónica en el abrillantador está equilibrada por una carga catiónica compuesta por uno o más cationes idénticos o diferentes seleccionados del grupo que consiste en hidrógeno, Na, K, amonio, trietanolamina, dimetilaminoetanol o mezclas de dichos compuestos,

- 15 R1 y R1' pueden ser iguales o diferentes y significan un radical de fórmula (II) o R1 junto con R1' significan un radical de fórmula (III)

R2 y R2' pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, metilo, etilo, 2-hidroxietilo, 2-hidroxipropilo, -CH₂CO₂⁻, -CH₂CH₂CONH₂ o -CH₂CH₂CN,

- 20 o R2 y R2' significan un radical de fórmula (II)

o R2 junto con R2' significan un radical de fórmula (III)

o R2 y R2' significan un radical de fórmula (V),

R3 y R3' pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en metilo, etilo, 2-hidroxietilo, 2-hidroxipropilo, -CH₂CO₂⁻, -CH(CO₂⁻)CH₂CO₂⁻, -CH₂CH₂SO₃⁻,

- 25 o mezclas de dichos compuestos,

o R2 y R3 y/o R2' y R3' junto con el átomo de nitrógeno próximo significan un anillo de morfolina

R12 y R13 pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, -CO₂⁻, -SO₃⁻

R4, R5, R6, R7, R8, R9, R10, R11, R14, R15, R16, R17, R18, R19, R20, R21 y R22 pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno o un radical alquilo lineal o ramificado C₁-C₂₀

- 30 se prefiere que R5, R6, R7, R8, R10 y R11 sean CH₃ o H y se prefiere especialmente que sean CH₃

x, y y z pueden ser iguales o diferentes y cada uno está en el intervalo de 0 a 150 con la condición de que x+y+z ≥ 5

n puede estar en el intervalo de 0 a 4

o mezclas de dichos compuestos.

Compuestos especialmente preferidos de fórmula (I) son aquellos en los que

- 35 la carga aniónica en el abrillantador está equilibrada por una carga catiónica compuesta por uno o más cationes idénticos o diferentes seleccionados del grupo que consiste en Na, K, dimetilaminoetanol o mezclas de dichos compuestos,

R1 y R1' significan un radical de fórmula (II)

o R1 junto con R1' significan un radical de fórmula (III)

R2 y R2' significan un radical de fórmula (II)

o R2 y R2' significan un radical de fórmula (V),

5 R3 y R3' significan hidrógeno,

R12 y R13 se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, $-\text{CO}_2^-$, $-\text{SO}_3^-$

R4, R5, R6, R7, R8, R9, R10, R11, R14, R15, R16, R17, R18, R19, R20, R21 y R22 se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno o un radical alquilo lineal o ramificado $\text{C}_1\text{-C}_{20}$

se prefiere que R5, R6, R7, R8, R10 y R11 sean CH_3 o H y se prefiere especialmente que sean CH_3

10 x, y y z pueden ser iguales o diferentes y cada uno está en el intervalo de 0 a 100 con la condición de que $x+y+z \geq 5$

n puede estar en el intervalo de 0 a 4

o mezclas de dichos compuestos.

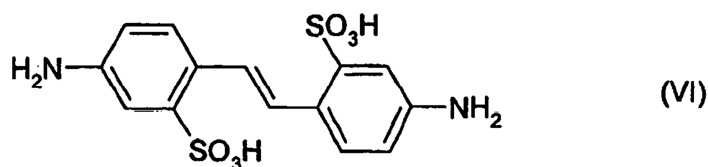
En compuestos de fórmula (I) en los que R12 es hidrógeno y R13 es $-\text{SO}_3^-$, el grupo $-\text{SO}_3^-$ está preferiblemente en la posición 4 del grupo fenilo.

15 En compuestos de fórmula (I) en los que R12 y R13 son $-\text{SO}_3^-$, los grupos $-\text{SO}_3^-$ están preferiblemente en las posiciones 2,5 del grupo fenilo.

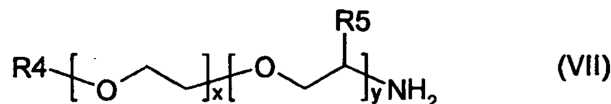
En compuestos de fórmula (I) en los que R12 es hidrógeno y R13 es $-\text{CO}_2^-$, los grupos $-\text{CO}_2^-$ están preferiblemente en la posición 4 del grupo fenilo.

20 Una materia adicional de la invención es un procedimiento para la preparación de un compuesto de fórmula (I) como el definido anteriormente, también en todas sus realizaciones preferidas, mediante una reacción por etapas de un haluro cianúrico con

a) una diamina de fórmula (VI)



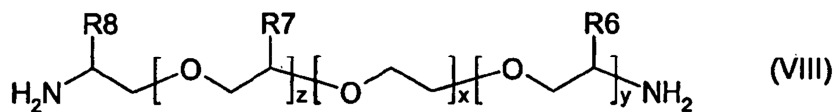
(b) una amina de fórmula (VII)



25

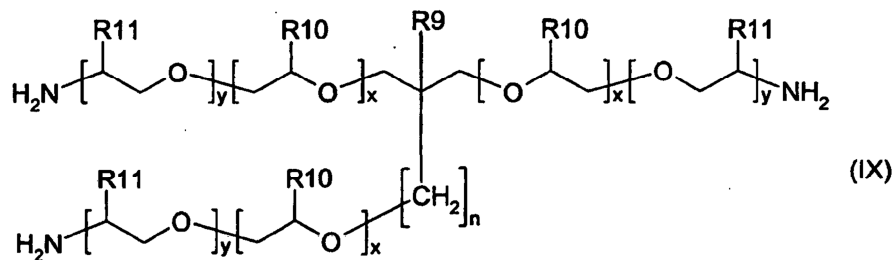
o

una diamina de fórmula (VIII)



o

una a triamina de fórmula (IX)



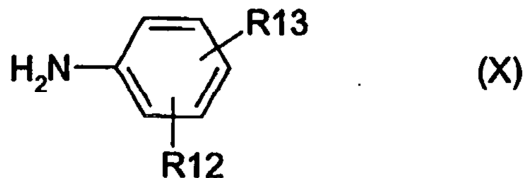
5

o

una mezcla de aminas de fórmula (VII) y/o diaminas de fórmula (VIII) y/o triaminas de fórmula (IX)

y

(c) una amina de fórmula (X)



10

o

una amina de fórmula (XI)



o

una amina de fórmula (VII)

15

o

una diamina de fórmula (VIII)

o

una triamina de fórmula (IX)

20

teniendo R2, R3, R4, R5, R6, R7, R8, R9, R10, R11, R12 y R13 el mismo significado que se mencionó anteriormente.

Como un haluro cianúrico se puede emplear el fluoruro, cloruro o bromuro. Se prefiere el cloruro cianúrico.

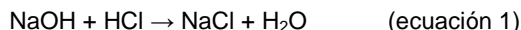
Todas las reacciones se pueden llevar a cabo en un medio acuoso, suspendiéndose el haluro cianúrico en agua, o en un medio acuoso/orgánico, disolviéndose el haluro cianúrico en un disolvente tal como acetona. Cada amina de fórmula (VII), (X) y (XI), diamina de fórmula (VI) y (VIII) o triamina de fórmula (IX) se puede introducir sin dilución, o en la forma de una solución o suspensión acuosa. Los compuestos de fórmula (VI), (VII), (VIII), (IX), (X) y (XI) se pueden hacer reaccionar con el haluro cianúrico en cualquier orden, aunque se prefiere hacer reaccionar las aminas aromáticas en primer lugar. Los compuestos de fórmula (VI), (VII), (VIII), (IX), (X) y (XI) se pueden hacer reaccionar estequiométricamente, por defecto o en exceso, con respecto al haluro cianúrico.

Para la sustitución del primer halógeno del haluro cianúrico por un compuesto de fórmula (VI), (VII), (VIII), (IX), (X) o (XI), se prefiere trabajar a una temperatura en el intervalo de 0 a 20°C y bajo condiciones de pH ácidas o neutras, más preferiblemente en el intervalo de pH de 2 a 7. Para la sustitución del segundo halógeno del haluro cianúrico por un compuesto de fórmula (VI), (VII), (VIII), (IX), (X) o (XI), se prefiere trabajar a una temperatura en el intervalo de 20 a 60°C y bajo condiciones débilmente ácidas o débilmente alcalinas, más preferiblemente a un pH en el intervalo de 4 a 8. Para la sustitución del tercer halógeno del haluro cianúrico por un compuesto de fórmula (VI), (VII), (VIII), (IX), (X) o (XI), se prefiere trabajar a una temperatura en el intervalo de 60 a 102°C y bajo condiciones de débilmente ácidas a alcalinas, más preferiblemente a un pH en el intervalo de 7 a 10.

El tiempo de reacción para la sustitución del primero, el segundo y el tercer halógeno del haluro cianúrico por un compuesto de fórmula (VI), (VII), (VIII), (IX), (X) o (XI) está en el intervalo de 10 minutos a 24 horas, preferiblemente de 30 minutos a 10 horas, más preferiblemente de 1 a 5 horas.

El pH de cada reacción se controla generalmente mediante la adición de una base (B) adecuada, estando dictada la elección de la base (B) por la composición final deseada del compuesto de fórmula (I). Bases (B) preferidas son, por ejemplo, hidróxidos, carbonatos o bicarbonatos de metales alcalinos o metales alcalinotérreos (p. ej. litio, sodio, potasio, calcio, magnesio), o aminas terciarias alifáticas, p. ej. trietilamina, trietanolamina, triisopropanolamina, dimetilaminoetanol o sus combinaciones. Cuando la base (B) es una combinación de dos o más bases diferentes, las bases se pueden añadir en cualquier orden o al mismo tiempo.

La base (B) neutraliza el haluro de hidrógeno liberado durante la sustitución del haluro cianúrico con un compuesto de fórmula (VI), (VII), (VIII), (IX), (X) o (XI) y forma una sal (SA), por ejemplo según la ecuación 1 en la que la base (B) es hidróxido sódico.



Cuando sea necesario ajustar el pH de la reacción a la baja, se pueden emplear ácidos, ejemplos de los cuales incluyen ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido fórmico y ácido acético.

Se ha encontrado que los compuestos de fórmula (I) exhiben excelentes características de abrillantamiento óptico.

Por lo tanto, una materia adicional de la invención es el uso de compuestos de fórmula (I) como los definidos anteriormente, también en todas sus realizaciones preferidas, como agentes abrillantadores ópticos, preferiblemente para el abrillantamiento óptico de fibras celulósicas naturales y regeneradas, fibras de poliamida y poliuretano naturales y sintéticas, preparaciones de pigmentos naturales o sintéticos, materiales textiles y papel.

Para el abrillantamiento óptico de materiales textiles y materiales no tejidos, los compuestos de fórmula (I) se pueden emplear, por ejemplo, en procedimientos de impregnación, en los que la concentración de abrillantador en el baño de tratamiento se puede mantener casi constante. En el acabado de materiales textiles (géneros o, preferiblemente, géneros no tejidos) con agentes aglutinantes, especialmente resinas sintéticas, los compuestos de fórmula (I) se pueden añadir a la resina sintética bien en el baño de tratamiento o bien antes. El abrillantador óptico se puede fijar, y el agente de acabado se puede reticular, según el procedimiento de reposo en frío o mediante tratamiento térmico, opcionalmente después del secado intermedio. Debido a su estabilidad hacia ácidos y sales, p. ej. cloruro de magnesio y cloruro de cinc, los compuestos de fórmula (I) también son adecuados para el abrillantamiento óptico y el acabado de algodón a prueba de arrugas simultáneo. Los compuestos de fórmula (I) se pueden emplear en una cantidad en el intervalo de 0,00001 a 5% en peso, preferiblemente de 0,00002 a 5% en peso, basándose el % en peso en el peso del sustrato celulósico seco.

Los compuestos de fórmula (I) son particularmente eficaces cuando se usan como agentes abrillantadores ópticos para papel. Se pueden aplicar a papel bien mediante la adición a una pasta papelera antes de la formación de hojas o bien se pueden incorporar a un revestimiento o una composición de apresto que se aplican posteriormente a una hoja de papel.

Los compuestos de fórmula (I) son más preferiblemente adecuados como agentes abrillantadores ópticos para el

abrillantamiento de papel y materiales no tejidos, aún más preferiblemente para el abrillantamiento óptico de papel después de la formación de las hojas, o de materiales no tejidos después de la formación de la tela.

Aún más preferiblemente, los compuestos de fórmula (I) son adecuados para el abrillantamiento de papel después de la formación de la hoja. Esto se puede efectuar añadiendo compuestos de fórmula (I) a una composición de apresto o a una composición de revestimiento pigmentada. El papel puede ser de naturaleza fina o gruesa y de celulosa blanqueada o no blanqueada.

Para el tratamiento de papel en la prensa de apresto, se pueden usar soluciones o suspensiones de apresto que contienen compuestos de fórmula (I) en el intervalo de 0,0001 a 125 gramos por litro de solución o suspensión de apresto, preferiblemente de 0,0005 a 100 gramos por litro. La solución o suspensión de apresto también puede contener uno o más agentes aglutinantes en una concentración de entre 1 y 30% en peso, preferiblemente entre 2 y 20% en peso, lo más preferiblemente entre 5 y 15% en peso, el % en peso basado en el peso de la solución de apresto. El pH de la solución o suspensión de apresto está típicamente en el intervalo 5-9, preferiblemente 6-8.

El agente aglutinante se selecciona del grupo que consiste en almidón natural, almidón enzimáticamente modificado, almidón químicamente modificado y sus mezclas. Los almidones modificados son preferiblemente almidón oxidado, almidón hidroxietilado o almidón acetilado. El almidón natural es preferiblemente un almidón aniónico, un almidón catiónico o un almidón anfótero. Aunque la fuente de almidón puede ser cualquiera, preferiblemente las fuentes de almidón son maíz, trigo, patata, arroz, tapioca o sagú.

La concentración de aglutinantes en la composición de apresto puede estar entre 1 y 30% en peso, preferiblemente entre 2 y 20% en peso, lo más preferiblemente entre 5 y 15% en peso, % en peso basado en el peso total de la composición de apresto.

La solución o suspensión de apresto puede contener opcionalmente una sal de metal divalente o una mezcla de sales de metales divalentes diferentes de las sales inorgánicas (SA) generadas durante la síntesis de compuestos de fórmula (I) en una concentración de entre 1 y 100 g/l, preferiblemente entre 2 y 80 g/l, lo más preferiblemente entre 5 y 70 g/l de solución de apresto.

Salas de metales divalentes preferidas se seleccionan del grupo que consiste en cloruro cálcico, cloruro magnésico, bromuro cálcico, bromuro magnésico, yoduro cálcico, yoduro magnésico, nitrato cálcico, nitrato magnésico, formiato cálcico, formiato magnésico, acetato cálcico, acetato magnésico, citrato cálcico, citrato magnésico, gluconato cálcico, gluconato magnésico, ascorbato cálcico, ascorbato magnésico, sulfito cálcico, sulfito magnésico, bisulfito cálcico, bisulfito magnésico, ditionito cálcico, ditionito magnésico, sulfato cálcico, sulfato magnésico, tiosulfato cálcico, tiosulfato magnésico y mezclas de dichos compuestos.

Salas de metales divalentes más preferidas se seleccionan del grupo que consiste en cloruro cálcico, cloruro magnésico, bromuro cálcico, bromuro magnésico, sulfato cálcico, sulfato magnésico, tiosulfato cálcico, tiosulfato magnésico y mezclas de dichos compuestos.

Salas de metales divalentes especialmente preferidas se seleccionan del grupo que consiste en cloruro cálcico, cloruro magnésico, sulfato magnésico y mezclas de dichos compuestos.

Cuando la sal de metal divalente es una mezcla de una o más sales cálcicas y una o más sales magnésicas, la cantidad de sales cálcicas puede estar en el intervalo de 0,1 a 99,9% en peso basado en el peso total de sales de metal divalente añadidas.

Además de los compuestos de fórmula (I), la solución o suspensión de apresto también puede contener uno o más aglutinantes, agua y opcionalmente abrillantadores ópticos que sean estructuralmente diferentes de los compuestos de fórmula (I), y opcionalmente una o más sales de metales divalentes. La solución o suspensión de apresto puede contener subproductos formados durante la preparación de los compuestos de fórmula (I) así como otros aditivos usados convencionalmente para el tratamiento de sustratos celulósicos tales como materiales textiles, materiales no tejidos o papel.

Ejemplos de aditivos para papel son aglutinantes secundarios, anticongelantes, biocidas, antiespumantes, emulsiones de cera, colorantes, sales inorgánicas, conservantes, agentes complejantes, espesantes, agentes de apresto superficial, reticuladores, pigmentos, resinas especiales, etc.

La composición de apresto se prepara preferiblemente añadiendo el compuesto de fórmula (I) y, opcionalmente, la sal de metal divalente y/o cualesquiera otros componentes a una solución acuosa del aglutinante, preferiblemente a una temperatura de entre 20°C y 90°C.

La composición de apresto se puede aplicar a la superficie de un sustrato de papel mediante cualquier método de

tratamiento superficial conocido en la técnica. Ejemplos de métodos de aplicación de la composición de apresto incluyen aplicaciones con prensa de apresto, aplicación de apresto con calandria, apresto en cuba, aplicaciones de revestimiento y aplicaciones de pulverización. El método preferido de aplicación de la composición de apresto es en la prensa de apresto tal como una prensa de apresto de encharcamiento ("puddle"). Una hoja de papel preformada se hace pasar a través de una línea de retención entre dos rodillos que está inundada con la composición de apresto. El papel absorbe algo de la composición, siendo el resto retirado en la línea de retención.

El sustrato de papel contiene una tela de fibras de celulosa que puede proceder de cualquier planta fibrosa. Preferiblemente, las fibras de celulosa proceden de madera de frondosas y/o madera de coníferas. Las fibras pueden ser bien fibras vírgenes o bien fibras recicladas, o cualquier combinación de fibras vírgenes y recicladas.

Más preferiblemente, los compuestos de fórmula (I) son adecuados cuando se usan en preparaciones de revestimiento, aún más preferiblemente en una formulación de revestimiento para aplicaciones a papel.

Para el tratamiento de papel en el revestimiento, las composiciones de revestimiento pigmentadas son esencialmente composiciones acuosas que contienen al menos un aglutinante y un pigmento blanco, en particular un pigmento blanco opacificante, y adicionalmente pueden contener aditivos adicionales tales como agentes dispersantes y antiespumantes.

Aunque es posible producir composiciones de revestimiento que estén libres de pigmentos blancos, los mejores sustratos blancos para imprimir se elaboran usando composiciones de revestimiento opacas que contienen de 10 a 80% en peso, el % en peso basado en el peso total de la composición de revestimiento opaca, de pigmento blanco. Tales pigmentos blancos son generalmente pigmentos inorgánicos, p. ej., silicatos de aluminio (p. ej. caolín, también conocido como arcilla de China), carbonato cálcico (p. ej. greda), dióxido de titanio, hidróxido de aluminio, carbonato bórico, sulfato bórico o sulfato cálcico (p. ej. yeso), o sus mezclas.

Los aglutinantes en las composiciones de revestimiento pigmentadas pueden ser cualquiera de los usados comúnmente en la industria papelera para la producción de composiciones de revestimiento y pueden consistir en un solo aglutinante o una mezcla de aglutinantes primarios y secundarios. El aglutinante único o primario es preferiblemente un látex sintético, típicamente un polímero de estireno-butadieno, acetato de vinilo, estireno-material acrílico, vinilo-material acrílico o etileno-acetato de vinilo. El aglutinante secundario puede ser, p. ej., almidón, carboximetilcelulosa, caseína, polímeros de soja o poli(alcohol vinílico).

El aglutinante único o primario se usa en una cantidad típicamente en el intervalo de 5 a 25% en peso, el % en peso basado en el peso total de pigmento blanco. El aglutinante secundario se usa en una cantidad típicamente en el intervalo de 0,1 a 10% en peso, el % en peso basado en el peso total de pigmento blanco; sin embargo, el almidón se usa típicamente en el intervalo de 3 a 10% en peso, el % en peso basado en el peso total de pigmento blanco.

Los compuestos de fórmula (I) en la composición de revestimiento se pueden emplear en una cantidad en el intervalo de 0,00001 a 5% en peso, preferiblemente de 0,00005 a 5% en peso, el % en peso basado en el peso del pigmento blanco.

Opcionalmente, uno o más de otros materiales se pueden añadir para mejorar adicionalmente las propiedades de la composición de revestimiento. Estos podrían incluir tensioactivos no iónicos o aniónicos, y adyuvantes de la solubilización orgánicos tales como polietilenglicol, polivinilpirrolidona o urea.

La composición de revestimiento se puede aplicar al sustrato por cualquier medio convencional, por ejemplo mediante una cortina de aire, una cuchilla, un cepillo, un rodillo, una barra de revestimiento o en la prensa de apresto, y el revestimiento se seca a temperaturas en el intervalo 50 - 120°C, y preferiblemente 65 - 95°C.

Los siguientes ejemplos mostrarán la presente invención con más detalle. En la presente solicitud, si no se indica otra cosa, "partes" significa "partes en peso" y "%" significa "% en peso".

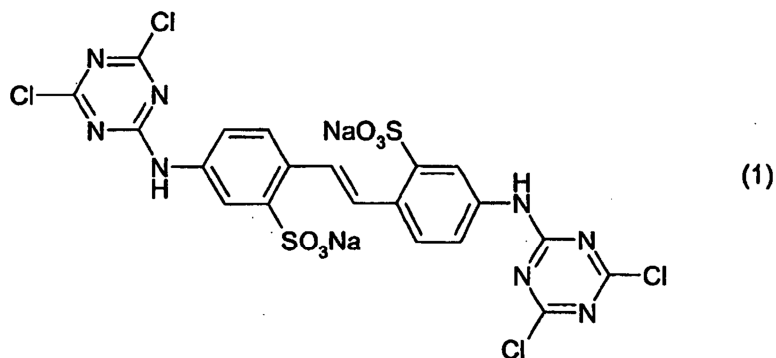
Ejemplos

Compuesto Intermedio

Ejemplo 1

Se añaden 185,2 partes de ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico a 700 partes de agua y se disuelven con la ayuda de aprox. 130 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p a aprox. 25°C y un pH de aprox. 8 a 9. La solución así formada se añade a lo largo de un período de aprox. 30 minutos a 196 partes de cloruro cianúrico dispersado en 250 partes de acetona, 400 partes de agua y 500 partes de hielo. La temperatura se mantiene por debajo de 10°C usando un baño de hielo/agua y el pH se mantiene a aprox. de 3 a 4 añadiendo gota a

gota aprox. 136 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 2 horas, la reacción se completa y el pH se incrementa hasta aprox. de 6,5 a 7,0 añadiendo gota a gota aprox. 2 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. La mezcla acuosa resultante contiene compuesto de fórmula (1) en una concentración de aprox. 0,200 moles por kg de mezcla.



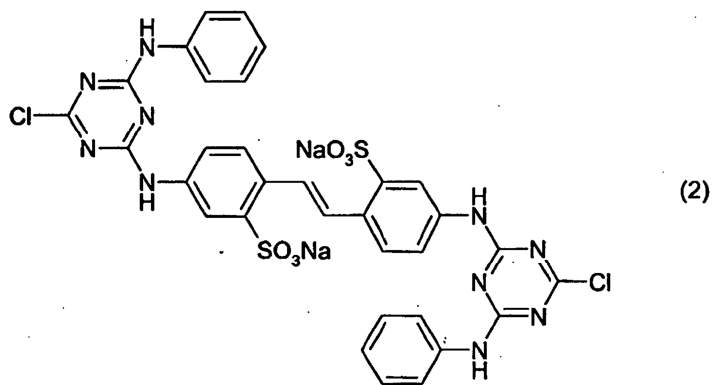
5

Compuesto Intermedio

Ejemplo 2

Se añaden 37,2 partes de anilina a lo largo de un período de 30 minutos a 1.000 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 1 y que contiene aprox. 0,200 moles por kg de compuesto de fórmula (1). La temperatura se mantiene por debajo de 25 - 30°C usando un baño de hielo/agua y el pH se mantiene a aprox. de 7,0 a 7,5 añadiendo gota a gota aprox. 53 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 2 horas, la reacción se completa y proporciona una mezcla acuosa que contiene el compuesto de fórmula (2) en una concentración de 0,183 moles por kg de mezcla.

10

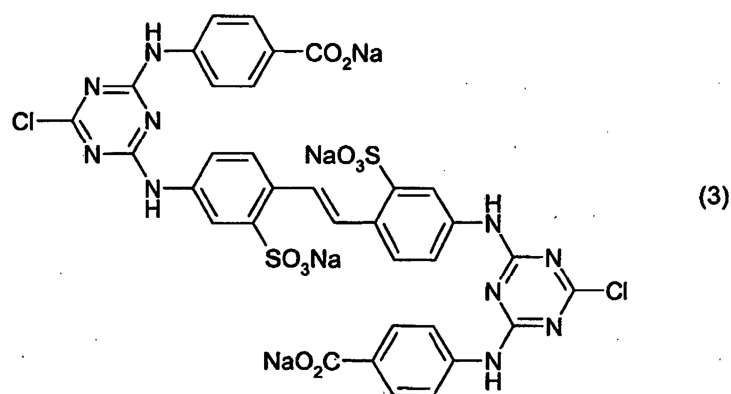


15 Compuesto Intermedio

Ejemplo 3

Se añaden 54,9 partes de ácido 4-aminobenzoico a lo largo de un período de 30 minutos a 1.000 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 1 y que contiene aprox. 0,200 moles por kg de compuesto de fórmula (1). La temperatura se incrementa hasta de 45 a 50°C usando un baño de aceite y el pH se mantiene a aprox. de 7,0 a 7,5 añadiendo gota a gota aprox. 110 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 2 horas, la reacción se completa y proporciona una mezcla acuosa que contiene el compuesto de fórmula (3) en una concentración de 0,171 moles por kg de mezcla.

20

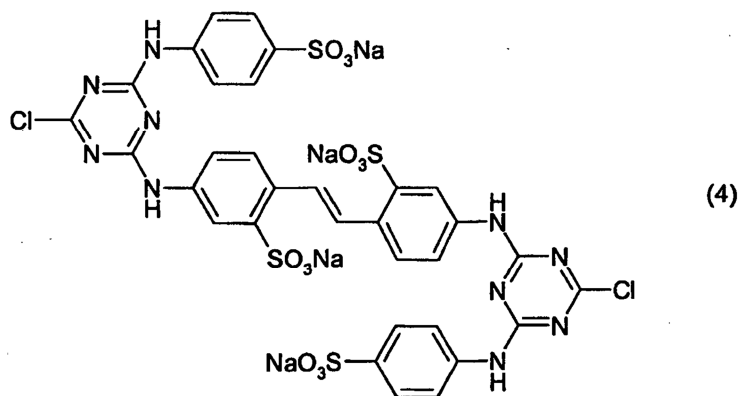


Compuesto Intermedio

Ejemplo 4

Se añaden 291 partes de ácido anilino-4-sulfónico a 1.000 partes de agua y se disuelven con la ayuda de aprox. 222 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p a aprox. 25°C y un pH de aprox. 8 a 9. La solución así formada se añade a lo largo de un período de aprox. 30 minutos a 305 partes de cloruro cianúrico dispersado en 400 partes de agua y 600 partes de hielo. La temperatura se mantiene por debajo de 10°C usando un baño de hielo/agua y añadiendo a la reacción 900 partes de hielo en porciones y el pH se mantiene a aprox. de 4 a 5 usando aprox. 224 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p hasta la terminación de la reacción. A continuación, la temperatura se incrementa hasta 40°C usando un baño de aceite.

Se añaden en porciones 296 partes de ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico mientras se mantiene un pH de aprox. 6,5 a 7,0 usando aprox. 214 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. A continuación, la temperatura se incrementa hasta de 65 a 70°C y el pH se mantiene a de 6,5 a 7,0 usando 205 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p hasta la terminación de la reacción. La mezcla acuosa resultante contiene el compuesto de fórmula (4) en una concentración de aprox. 0,170 moles por kg de mezcla.



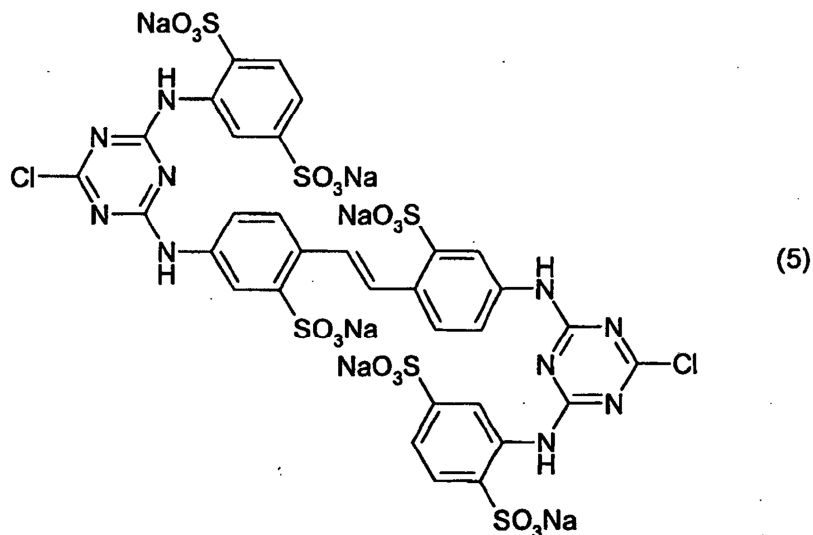
Compuesto Intermedio

Ejemplo 5

Se añaden 520,2 partes de sal monosódica de ácido anilino-2,5-disulfónico a 900 partes de agua y se disuelven con la ayuda de aprox. 295,1 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p a aprox. 25°C y un pH de aprox. 8 a 9. La solución así formada se añade a lo largo de un período de aprox. 30 minutos a 331,9 partes de cloruro cianúrico dispersado en 405 partes de agua y 630 partes de hielo. La temperatura se mantiene por debajo de 5°C usando un baño de hielo/agua y el pH se mantiene a aprox. de 4 a 5 usando aprox. 504,1 partes de una solución acuosa de carbonato sódico al 20% p/p. Al final de la adición, el pH se incrementa hasta aprox. 6 usando aprox. 35,1 partes de una solución acuosa de carbonato sódico al 20% p/p y la agitación se continúa a aprox. de 0 a 5°C hasta la terminación de la reacción.

A continuación, se añaden 151,2 partes de bicarbonato sódico a la mezcla de reacción. Se añade gota a gota a la mezcla de reacción una solución acuosa, obtenida disolviendo bajo nitrógeno 333,4 partes de ácido 4,4'-

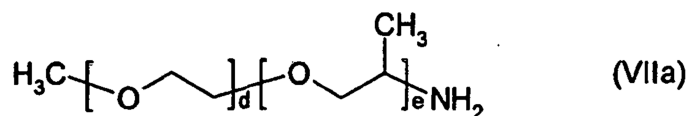
diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico en 1.240 partes de agua con la ayuda de aprox. 235,8 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p a aprox. de 45 a 50°C y un valor de pH de aprox. 8 a 9. La mezcla resultante se agita a aprox. de 45 a 50°C hasta la terminación de la reacción. La mezcla acuosa resultante contiene el compuesto de fórmula (5) en una concentración de 0,161 moles por kg de mezcla.



5

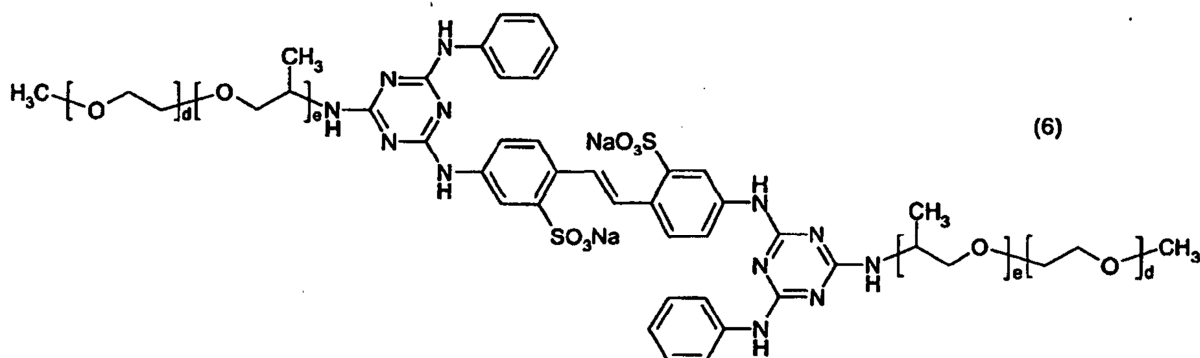
Ejemplo 6

Se añaden 294 partes de compuesto de fórmula (VIIa)



(VIIa)

de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® M31/700 y que tiene un peso molecular medio de 700 g por mol y en el que \underline{d} es aprox. 11 de media y \underline{e} es aprox. 3 de media a lo largo de un período de 5 minutos a 1.093 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 2 y que contiene aprox. 0,183 moles por kg del compuesto de fórmula (2). La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se destila la acetona y se mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 54 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la agitación se detiene durante 1 hora. Se forman dos fases y la capa inferior se separa y se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 601 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (6) en una concentración de aprox. 0,310 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico.

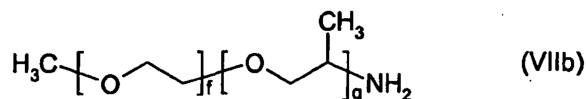


(6)

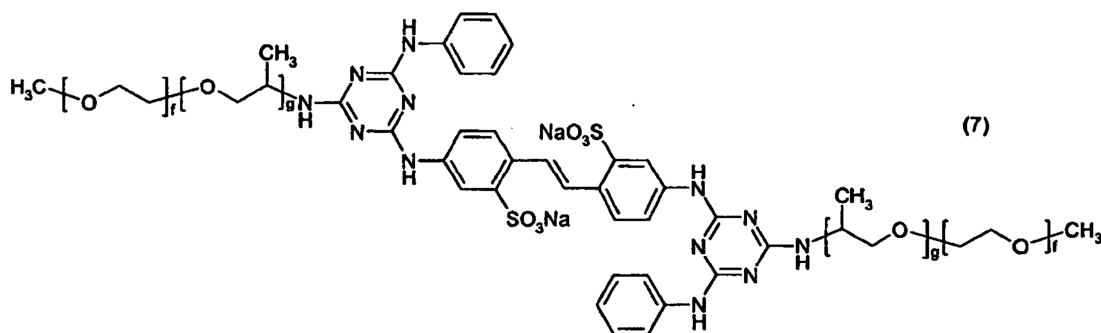
20

Ejemplo 7

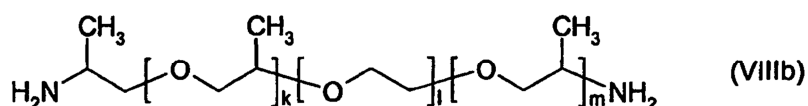
Se añaden 840 partes de compuesto de fórmula (VIIb)



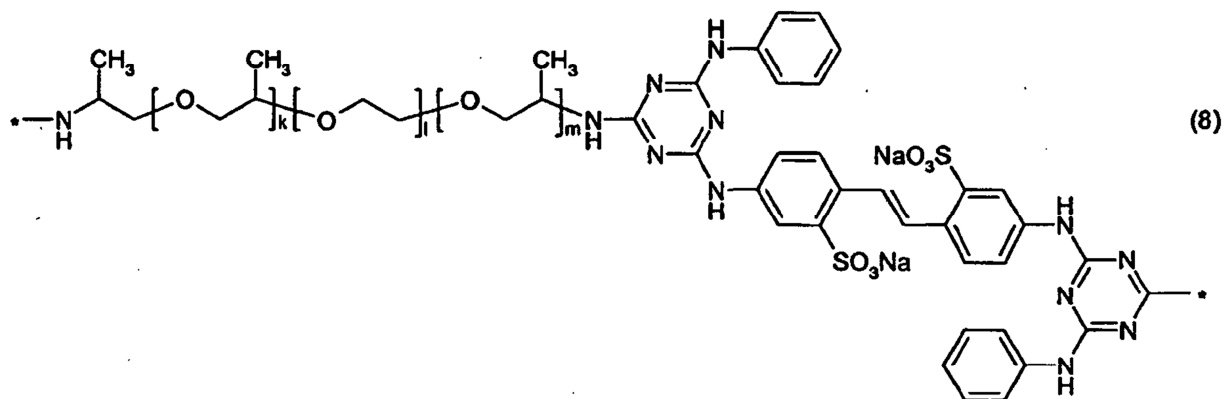
de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® M41/2000 y que tiene un peso molecular medio de 2.000 g por mol y en el que f es aprox. 32 de media y g es aprox. 9 de media a lo largo de un período de 5 minutos a 1.093 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 2 y que contiene aprox. 0,183 moles por kg de compuesto de fórmula (2). La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se destila la acetona y se mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 53 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la agitación se detiene durante 1 hora. Se forman dos fases y la capa inferior se separa y se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 1.478 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (7) en una concentración de aprox. 0,145 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbena-2,2'-disulfónico.

**Ejemplo 8**

Se añaden 960 partes de compuesto de fórmula (VIIIb)

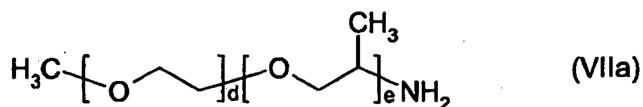


de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® D91/4000 y que tiene un peso molecular medio de 4.000 g por mol y en el que k es aprox. 3 de media, l es aprox. 76 de media y m es aprox. 4 de media a lo largo de un período de 5 minutos a 1.093 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 2 y que contiene aprox. 0,183 moles por kg de compuesto de fórmula (2). La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se destila la acetona y se mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 58 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la solución resultante se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 2.433 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (8) en una concentración de aprox. 0,072 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbena-2,2'-disulfónico.

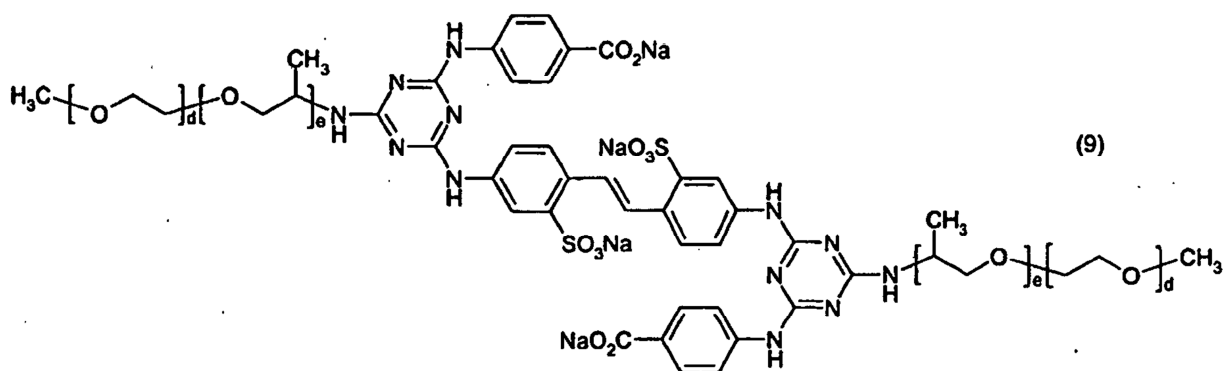


Ejemplo 9

Se añaden 294 partes de compuesto de fórmula (VIIa)

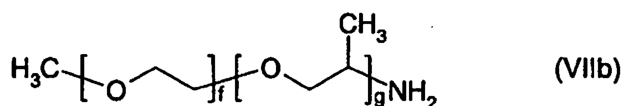


- 5 de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® M31/700 y que tiene un peso molecular medio de 700 g por mol y en el que \underline{d} es aprox. 11 de media y \underline{e} es aprox. 3 de media a lo largo de un período de 5 minutos a 1.169 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 3 y que contiene aprox. 0,171 moles por kg de compuesto de fórmula (3). La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se destila la acetona y se mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 58 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p.
- 10 Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la agitación se detiene durante 1 hora. Se forman dos fases y la capa inferior se separa y se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 1.347 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (9) en una concentración de aprox. 0,137 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico.



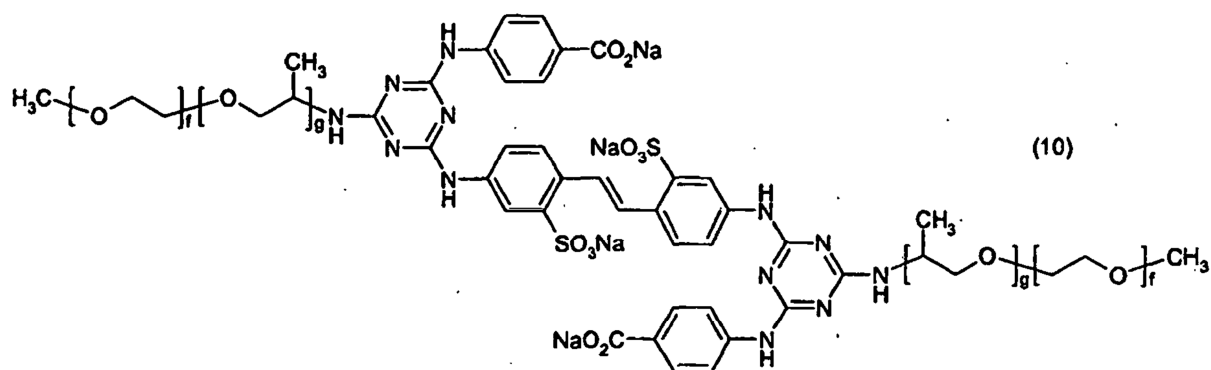
Ejemplo 10

Se añaden 840 partes de compuesto de fórmula (VIIb)



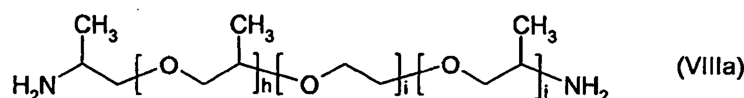
de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® M41/2000 y que tiene un peso molecular medio de 2.000 g por mol y en el que f es aprox. 32 de media y g es aprox. 9 de media a lo largo de un período de 5 minutos a 1.169 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 3 y que contiene aprox. 0,171 moles por kg de compuesto de fórmula (3). La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se destila la acetona y se mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 60 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p.

Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la agitación se detiene durante 1 hora. Se forman dos fases y la capa inferior se separa y se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 1.710 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (10) en una concentración de aprox. 0,112 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico.

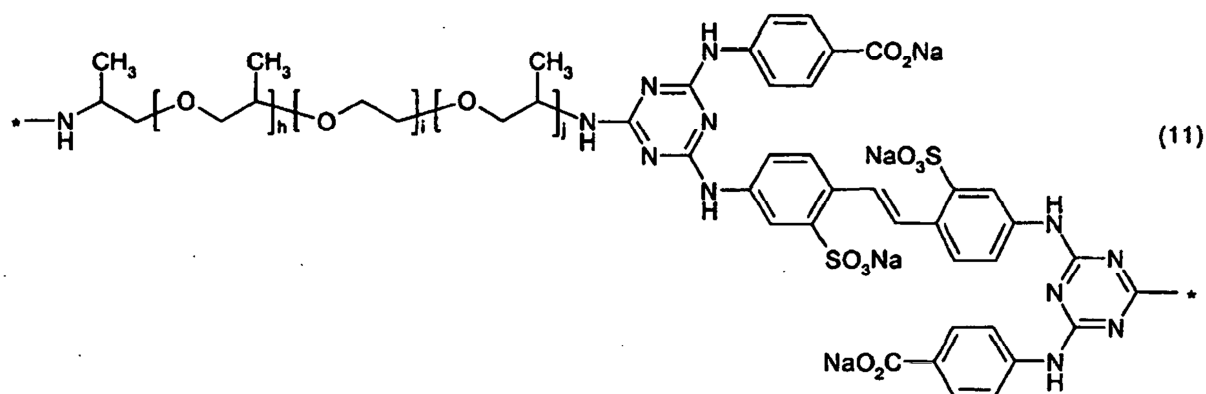


Ejemplo 11

Se añaden 144 partes de compuesto de fórmula (VIIIa)

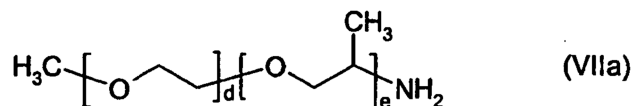


de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® D23/600 y que tiene un peso molecular medio de 600 g por mol y en el que h es aprox. 2,5 de media, i es aprox. 4,5 de media y j es aprox. 3,5 de media a lo largo de un período de 5 minutos a 1.169 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 3 y que contiene aprox. 0,171 moles por kg de compuesto de fórmula (3). La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se destila la acetona y se mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 57 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la agitación se detiene durante 1 hora. Se forman dos fases y la capa inferior se separa y se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 632 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (11) en una concentración de aprox. 0,235 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico.

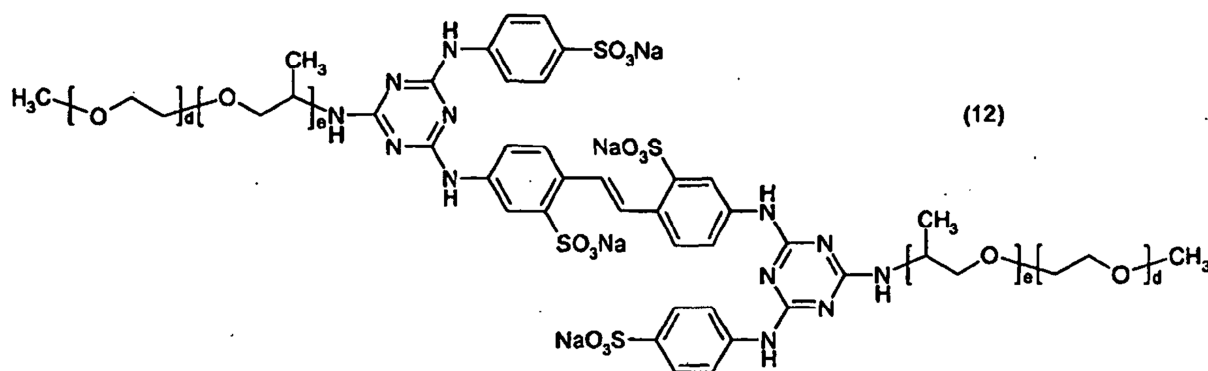


Ejemplo 12

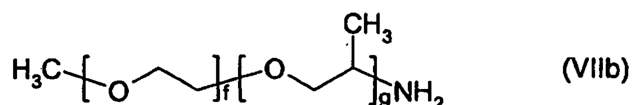
Se añaden 294 partes de compuesto de fórmula (VIIa)



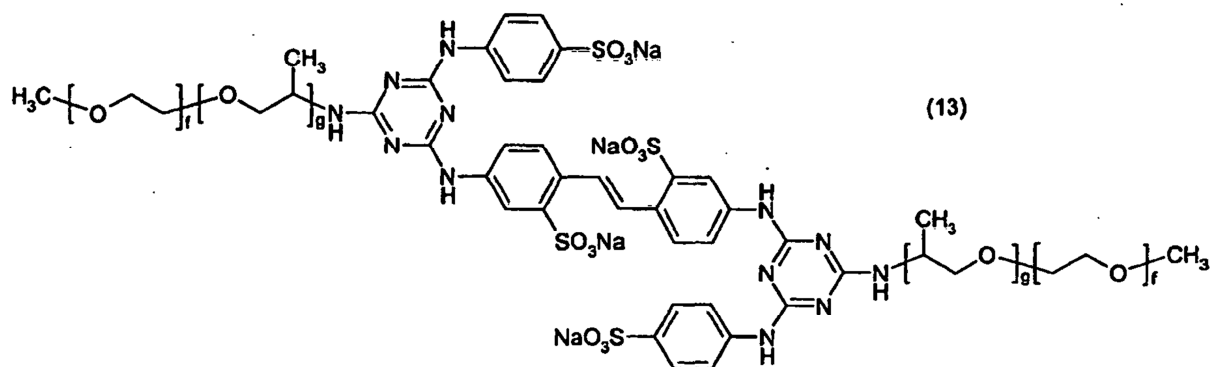
de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® M31/700 y que tiene un peso molecular medio de 700 g por mol y en el que d es aprox. 11 de media y e es aprox. 3 de media a lo largo de un período de 5 minutos a 1.176 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 4 y que contiene aprox. 0,170 moles por kg de compuesto de fórmula (4). La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 53 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la agitación se detiene durante 1 hora. Se forman dos fases y la capa inferior se separa y se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 1.100 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (12) en una concentración de aprox. 0,171 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbena-2,2'-disulfónico.

**Ejemplo 13**

Se añaden 840 partes de compuesto de fórmula (VIIb)

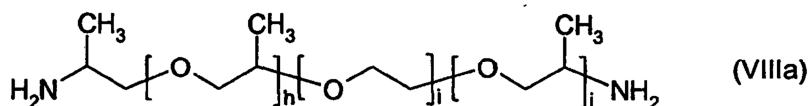


de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® M41/2000 y que tiene un peso molecular medio de 2.000 g por mol y en el que f es aprox. 32 de media y g es aprox. 9 de media a lo largo de un período de 5 minutos a 1.176 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 4 y que contiene aprox. 0,170 moles por kg de compuesto de fórmula (4). La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 52 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la agitación se detiene durante 1 hora. Se forman dos fases y la capa inferior se separa y se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 1.650 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (13) en una concentración de aprox. 0,118 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbena-2,2'-disulfónico.

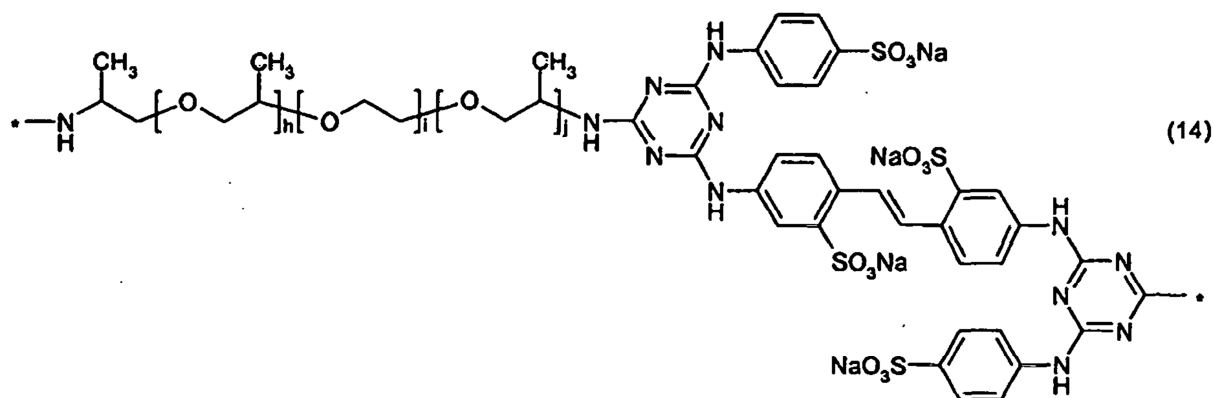


Ejemplo 14

Se añaden 144 partes de compuesto de fórmula (VIIIa)

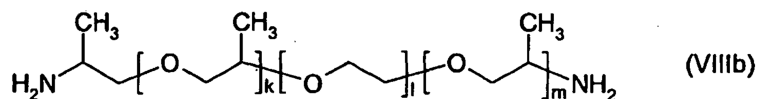


- 5 de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® D23/600 y que tiene un peso molecular medio de 600 g por mol y en el que h es aprox. 2,5 de media, i es aprox. 4,5 de media y j es aprox. 3,5 de media a lo largo de un período de 5 minutos a 1176 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 4 y que contiene aprox. 0,170 moles por kg de compuesto de fórmula (4). La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 53 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p.
- 10 Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la agitación se detiene durante 1 hora. Se forman dos fases y la capa inferior se separa y se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 770 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (14) en una concentración de aprox. 0,238 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico.



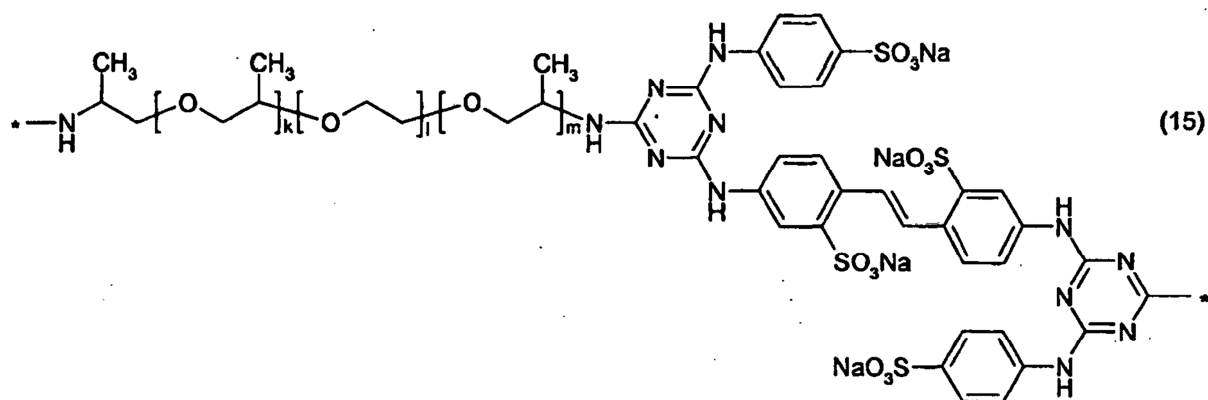
Ejemplo 15

Se añaden 960 partes de compuesto de fórmula (VIIIb)



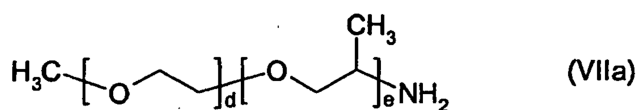
de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® D91/4000 y que tiene un peso molecular medio de 4.000

g por mol y en el que k es aprox. 3 de media, l es aprox. 76 de media y m es aprox. 4 de media a lo largo de un período de 5 minutos a 1.176 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 4 y que contiene aprox. 0,170 moles por kg de compuesto de fórmula (4). La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 51 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la solución resultante se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 2.150 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (15) en una concentración de aprox. 0,093 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico.

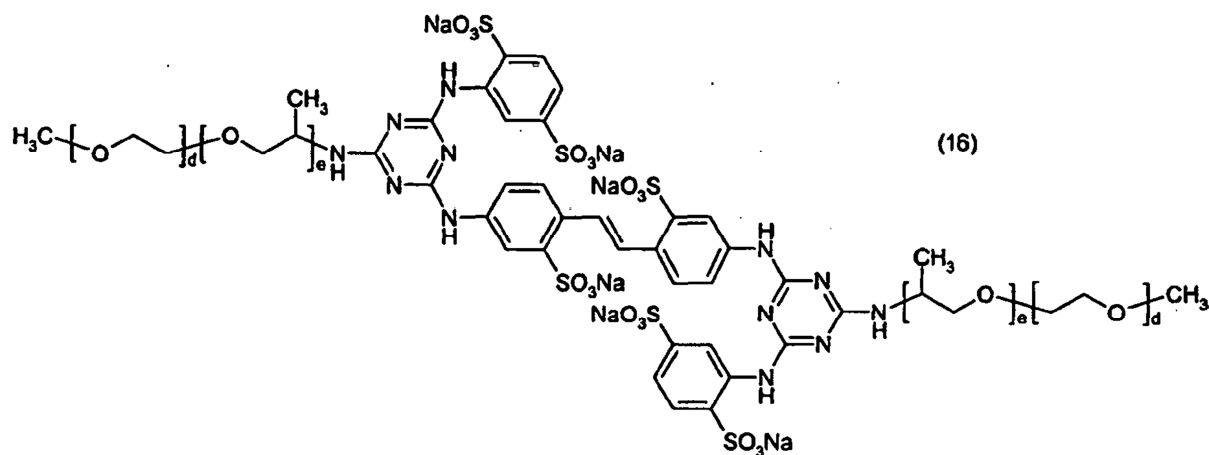


10 Ejemplo 16

Se añaden 294 partes de compuesto de fórmula (VIIa)

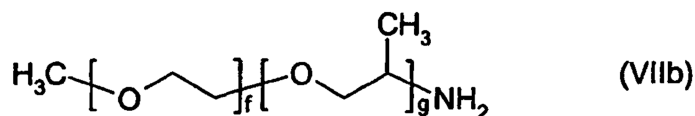


de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® M31/700 y que tiene un peso molecular medio de 700 g por mol y en el que d es aprox. 11 de media y e es aprox. 3 de media a lo largo de un período de 5 minutos a 1.242 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 5 y que contiene aprox. 0,161 moles por kg de compuesto de fórmula (5). La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 51 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la solución resultante se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 1.533 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (16) en una concentración de aprox. 0,128 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico.

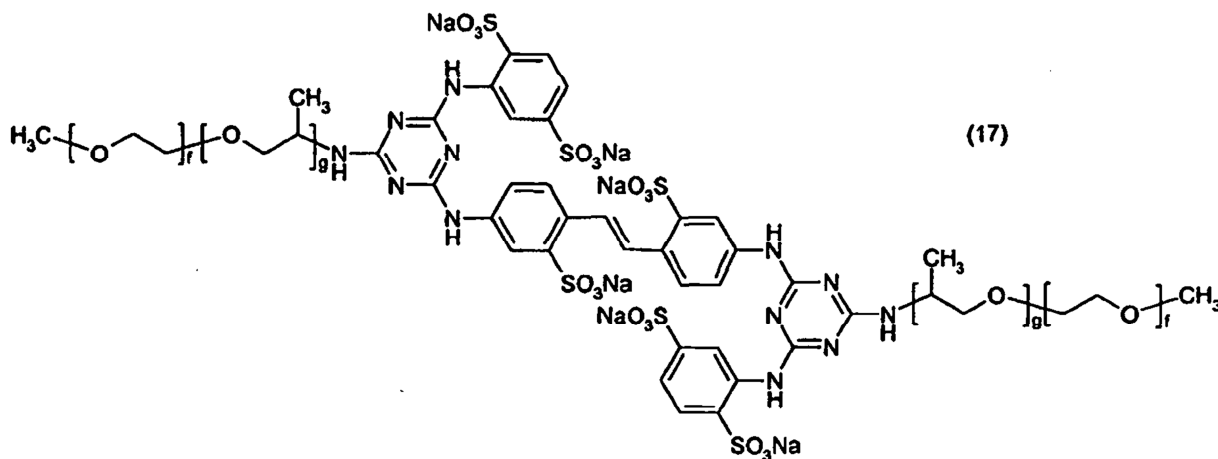


Ejemplo 17

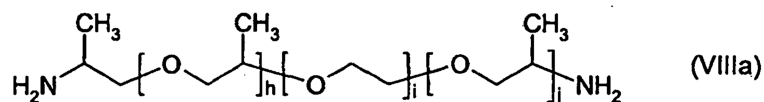
Se añaden 840 partes de compuesto de fórmula (VIIb)



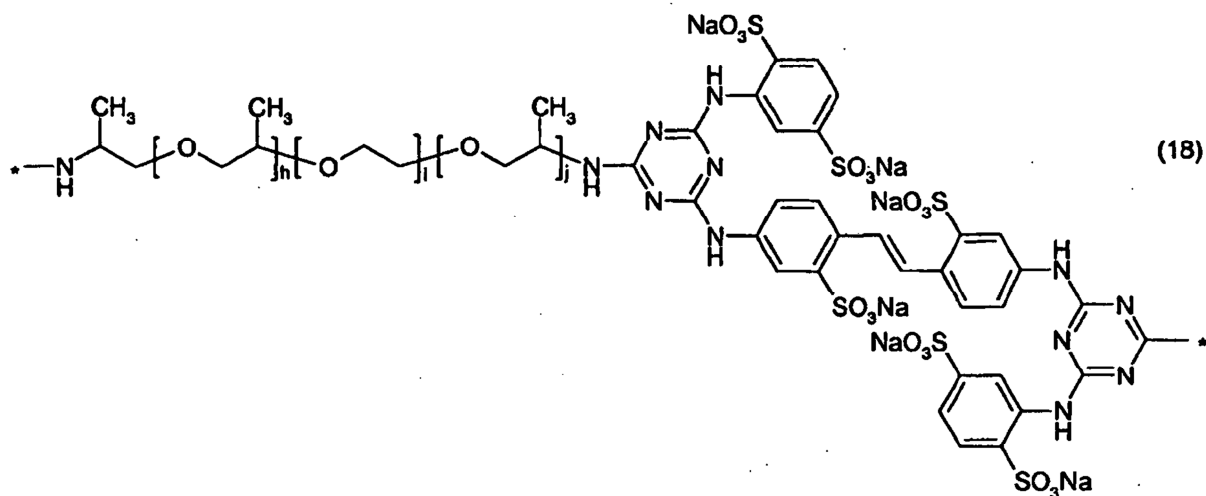
de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® M41/2000 y que tiene un peso molecular medio de 2.000 g por mol y en el que f es aprox. 32 de media y g es aprox. 9 de media a lo largo de un período de 5 minutos a 1.242 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 5 y que contiene aprox. 0,161 moles por kg de compuesto de fórmula (5). La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 53 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la agitación se detiene durante 1 hora. Se forman dos fases y la capa inferior se separa y se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 1.713 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (17) en una concentración de aprox. 0,114 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbena-2,2'-disulfónico.

**Ejemplo 18**

Se añaden 144 partes de compuesto de fórmula (VIIIa)

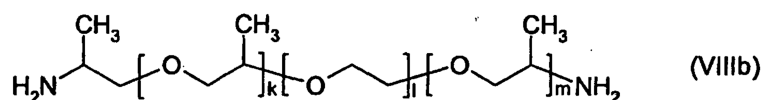


de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® D23/600 y que tiene un peso molecular medio de 600 g por mol y en el que h es aprox. 2,5 de media, i es aprox. 4,5 de media y j es aprox. 3,5 de media a lo largo de un período de 5 minutos a 1.242 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 5 y que contiene aprox. 0,161 moles por kg de compuesto de fórmula (5). La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 54 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la solución resultante se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 1.400 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (18) en una concentración de aprox. 0,143 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbena-2,2'-disulfónico.



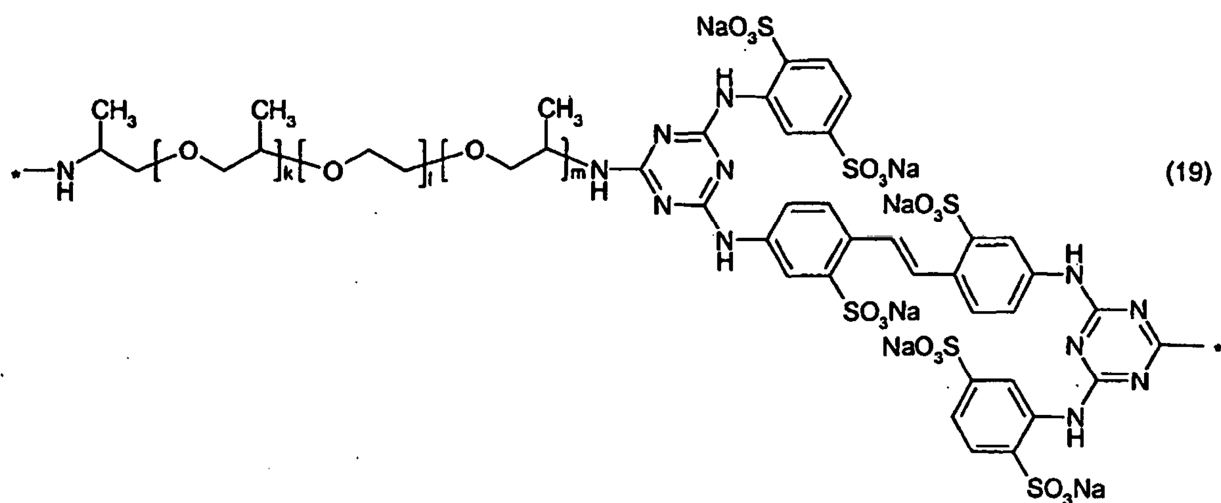
Ejemplo 19

Se añaden 960 partes de compuesto de fórmula (VIIIb)



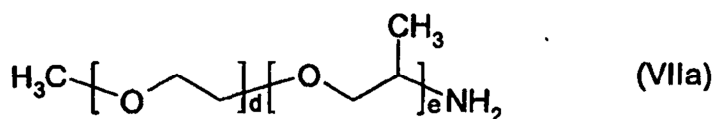
5 de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® D91/4000 y que tiene un peso molecular medio de 4.000 g por mol y en el que k es aprox. 3 de media, l es aprox. 76 de media y m es aprox. 4 de media a lo largo de un periodo de 5 minutos a 1.242 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 5 y que contiene aprox. 0,161 moles por kg de compuesto de fórmula (5). La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 46 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p.

10 Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la solución resultante se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 2.150 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (19) en una concentración de aprox. 0,088 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico.

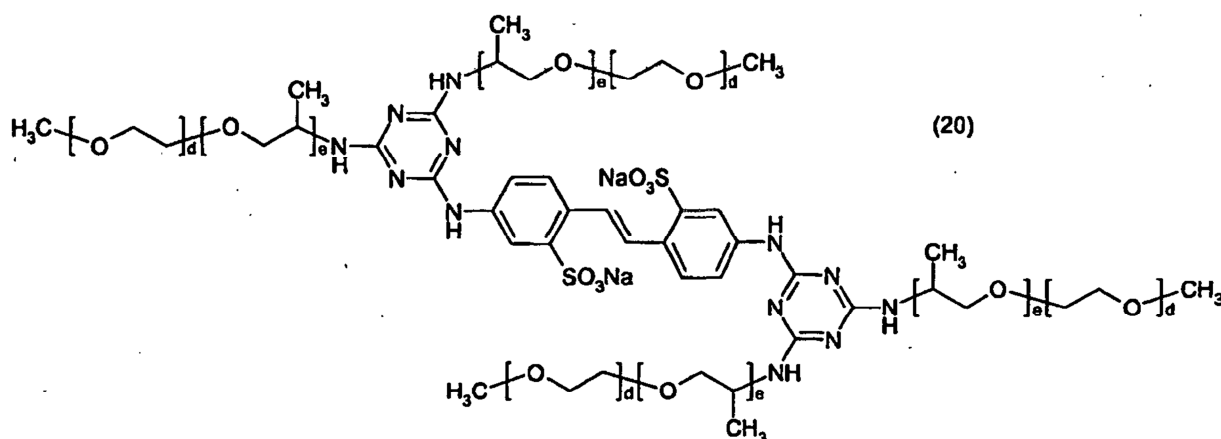


15 Ejemplo 20

Se añaden 588 partes de compuesto de fórmula (VIIa)

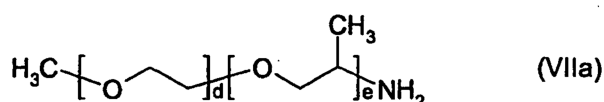


de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® M31/700 y que tiene un peso molecular medio de 700 g por mol y en el que d es aprox. 11 de media y e es aprox. 3 de media a lo largo de un período de 5 minutos a 1.000 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 1 y que contiene aprox. 0,200 moles por kg de compuesto de fórmula (1). La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se destila la acetona y se mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 98 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la agitación se detiene durante 1 hora. Se forman dos fases y la capa inferior se separa y se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 996 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (20) en una concentración de aprox. 0,183 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico.



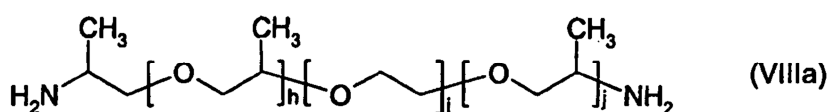
Ejemplo 21

Se añaden 280 partes de compuesto de fórmula (VIIa)



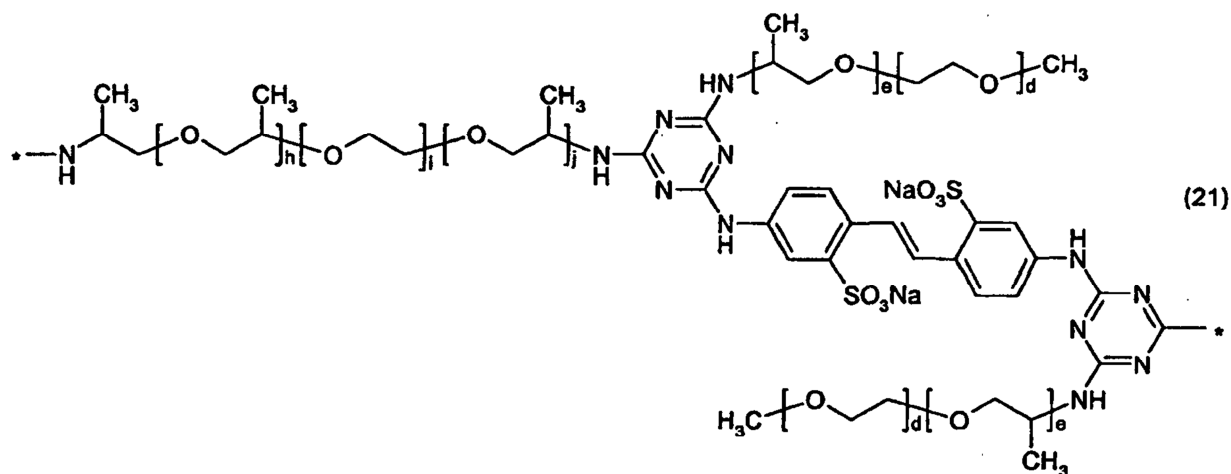
de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® M31/700 y que tiene un peso molecular medio de 700 g por mol y en el que d es aprox. 11 de media y e es aprox. 3 de media a lo largo de un período de 5 minutos a 1.000 partes de una mezcla acuosa preparada según el ejemplo 1 y que contiene aprox. 0,200 moles por kg de compuesto de fórmula (1). La temperatura se incrementa hasta entre 45 y 55°C mientras se mantiene el pH a 7,5 añadiendo gota a gota aprox. 61 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 3 horas, la reacción se completa.

Se añaden 144 partes de compuesto de fórmula (VIIIa)



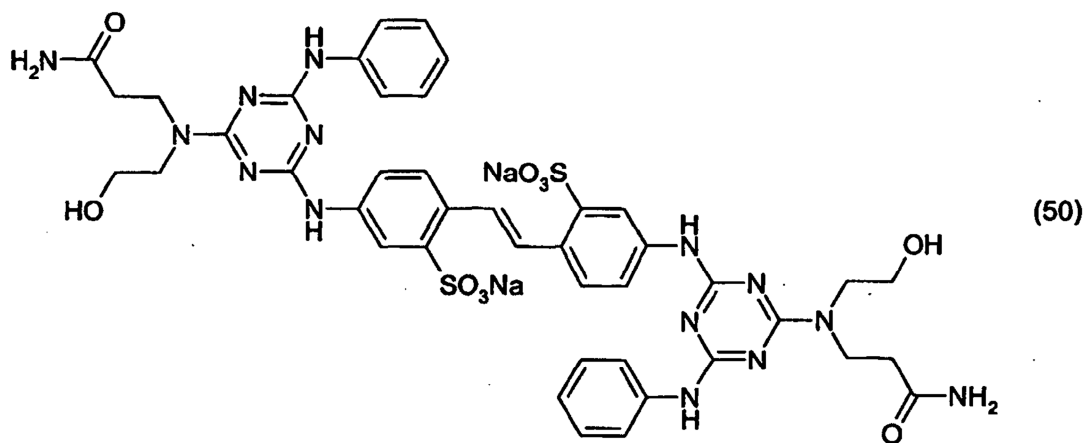
de Clariant y conocido bajo el nombre comercial Genamin® D23/600 y que tiene un peso molecular medio de 600 g por mol y en el que h es aprox. 2,5 de media, i es aprox. 4,5 de media y j es aprox. 3,5 de media a lo largo de un período de 5 minutos. La temperatura se incrementa hasta entre 95 y 100°C mientras se destila la acetona y se

5 mantiene el pH a 8,5 añadiendo gota a gota aprox. 49 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% p/p. Después de 3 horas, la reacción se completa. A continuación, la temperatura se disminuye hasta 60°C y la agitación se detiene durante 1 hora. Se forman dos fases y la capa inferior se separa y se filtra mientras todavía está caliente sobre un filtro de vidrio sinterizado para proporcionar 772 partes de una solución acuosa que contiene el compuesto de fórmula (21) en una concentración de aprox. 0,230 moles por kg de solución acuosa basada en ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico.



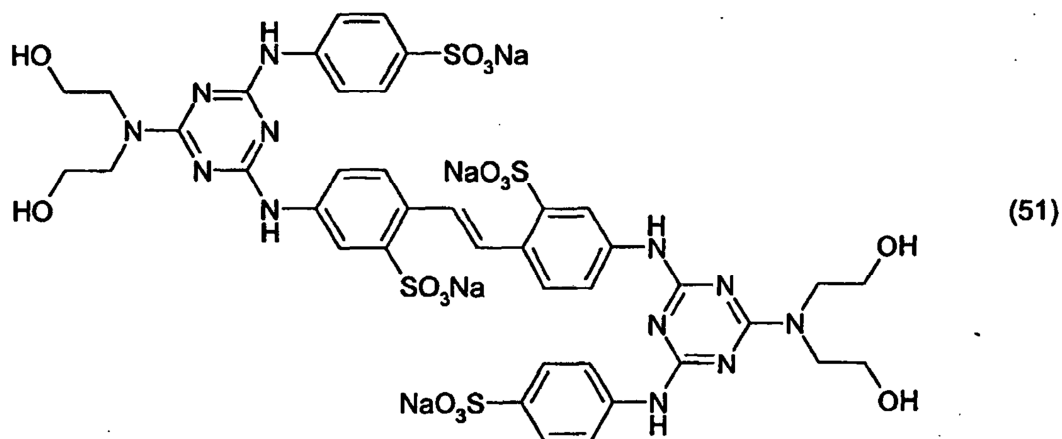
Ejemplo comparativo 1

10 Se prepara una solución acuosa comparativa (1) disolviendo el compuesto de fórmula (50) en agua en una concentración de 0,194 moles por kg de solución acuosa.



Ejemplo comparativo 2

Se prepara la solución acuosa comparativa (2) disolviendo el compuesto de fórmula (51) en agua en una concentración de 0,194 moles por kg de solución acuosa.



Ejemplo de aplicación 1

Se prepara una composición de revestimiento que contiene 7.000 partes de greda (disponible comercialmente bajo la marca Hydrocarb 90 de OMYA), 3.000 partes de arcilla (disponible comercialmente bajo la marca Kaolin SPS de IMERYS), 4.280 partes de agua, 60 partes de agente dispersante (una sal sódica de un poli(ácido acrílico) disponible comercialmente bajo la marca Polysalz S de BASF) y 2.000 partes de látex al 50% (un copolímero de estireno-butadieno disponible comercialmente bajo la marca DL 921 de Dow). El contenido de sólidos de la composición de revestimiento se ajusta hasta aprox. 65% mediante la adición de agua, y el pH se ajusta hasta 8 - 9 con hidróxido sódico.

La composición de revestimiento así formada se divide en pequeñas porciones a las que se añaden con agitación soluciones acuosas que contienen los compuestos de fórmula (6), (7), (8) y (50), respectivamente, preparados según el ejemplo 6, 7, 8 y el ejemplo comparativo 1 en una concentración de 0 a 0,0008 moles por 100 g de sólido seco (basándose los moles en ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico).

La composición de revestimiento abrillantada se aplica a continuación a una hoja básica de papel blanco neutralizada de 75 g/m² comercial usando un aplicador automático de barra de alambre arrollado con una graduación de velocidad estándar y una carga estándar sobre la barra. A continuación, el papel revestido se seca durante 5 minutos en un flujo de aire caliente. Posteriormente, se deja que el papel se acondicione y a continuación se mide la blancura CIE en un espectrofotómetro Auto-Elrepho calibrado. Los resultados se muestran en la Tabla 1 y muestran claramente que la presente invención proporciona un nivel superior de blancura.

Tabla 1

Concentración (moles por 100 g de sólido seco)*	Blancura			
	Compuesto de fórmula (6)	Compuesto de fórmula (7)	Compuesto de fórmula (8)	Compuesto de fórmula (50)
0	83,6	83,6	83,6	83,6
0,00006	90,1	90,4	90,5	90,0
0,00012	93,5	93,9	94,8	93,3
0,00017	96,0	97,4	97,9	95,7
0,00029	99,4	102,9	105,3	96,8
0,00039	101,6	103,9	108,4	96,9
0,00058	103,8	106,3	113,0	97,3

(continuación)

Concentración (moles por 100 g de sólido seco)*	Blancura			
	Compuesto de fórmula (6)	Compuesto de fórmula (7)	Compuesto de fórmula (8)	Compuesto de fórmula (50)
0,00078	103,3	106,8	116,5	94,6
* moles por 100 g de sólido seco basado en moles de ácido 4,4'-diaminoetilbeno-2,2'-disulfónico por 100 g de sólido seco				

5 Ejemplo de aplicación 2

Se prepara una composición de revestimiento que contiene 7.000 partes de greda (disponible comercialmente bajo la marca Hydrocarb 90 de OMYA), 3.000 partes de arcilla (disponible comercialmente bajo la marca Kaolin SPS de IMERYS), 4.280 partes de agua, 60 partes de agente dispersante (una sal sódica de un poli(ácido acrílico) disponible comercialmente bajo la marca Polysalz S de BASF) y 2.000 partes de látex al 50% (un copolímero de estireno-butadieno disponible comercialmente bajo la marca DL 921 de Dow). El contenido de sólidos de la composición de revestimiento se ajusta hasta aprox. 65% mediante la adición de agua, y el pH se ajusta hasta 8 – 9 con hidróxido sódico.

La composición de revestimiento así formada se divide en pequeñas porciones a las que se añaden con agitación soluciones acuosas que contienen los compuestos de fórmula (12), (13), (15) y (51), respectivamente, preparados según el ejemplo 12, 13, 15 y el ejemplo comparativo 2 en una concentración de 0 a 0,0008 moles por 100 g de sólido seco (basándose los moles en ácido 4,4'-diaminoetilbeno-2,2'-disulfónico).

La composición de revestimiento abrillantada se aplica a continuación a una hoja básica de papel blanco neutralizada de 75 g/m² comercial usando un aplicador automático de barra de alambre arrollado con una graduación de velocidad estándar y una carga estándar sobre la barra. A continuación, el papel revestido se seca durante 5 minutos en un flujo de aire caliente. Posteriormente, se deja que el papel se acondicione y a continuación se mide la blancura CIE en un espectrofotómetro Auto-Elrepho calibrado. Los resultados se muestran en la Tabla 2 y muestran claramente que la presente invención proporciona un nivel superior de blancura.

Tabla 2

Concentración (moles por 100 g de sólido seco)*	Blancura			
	Compuesto de fórmula (12)	Compuesto de fórmula (13)	Compuesto de fórmula (15)	Compuesto de fórmula (51)
0	89,5	89,5	89,5	89,5
0,00006	98,4	98,2	98,5	98,0
0,00012	102,0	102,1	102,1	101,8
0,00017	104,8	108,3	108,0	103,3
0,00029	109,2	115,1	113,6	102,5
0,00039	110,9	117,5	118,0	102,0
0,00058	113,5	121,8	121,7	95,4

(continuación)

Concentración (moles por 100 g de sólido seco)*	Blancura			
	Compuesto de fórmula (12)	Compuesto de fórmula (13)	Compuesto de fórmula (15)	Compuesto de fórmula (51)
0,00078	116,0	124,5	124,4	91,3
* moles por 100 g de sólido seco basado en moles de ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico por 100 g de sólido seco				

Ejemplo de aplicación 3

- 5 Se prepara una composición de revestimiento que contiene 7.000 partes de greda (disponible comercialmente bajo la marca Hydrocarb 90 de OMYA), 3.000 partes de arcilla (disponible comercialmente bajo la marca Kaolin SPS de IMERYS), 4.280 partes de agua, 60 partes de agente dispersante (una sal sódica de un poli(ácido acrílico) disponible comercialmente bajo la marca Polysalz S de BASF) y 2.000 partes de látex al 50% (un copolímero de estireno-butadieno disponible comercialmente bajo la marca DL 921 de Dow). El contenido de sólidos de la
- 10 composición de revestimiento se ajusta hasta aprox. 65% mediante la adición de agua, y el pH se ajusta hasta 8 - 9 con hidróxido sódico.

- La composición de revestimiento así formada se divide en pequeñas porciones a las que se añaden con agitación soluciones acuosas que contienen los compuestos de fórmula (9), (10), (11) y (51), respectivamente, preparados según el ejemplo 9, 10, 11 y el ejemplo comparativo 2 en una concentración de 0 a 0,0008 moles por 100 g de sólido seco (basándose los moles en ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico).
- 15

- La composición de revestimiento abrillantada se aplica a continuación a una hoja básica de papel blanco neutralizada de 75 g/m² comercial usando un aplicador automático de barra de alambre arrollado con una graduación de velocidad estándar y una carga estándar sobre la barra. A continuación, el papel revestido se seca durante 5 minutos en un flujo de aire caliente. Posteriormente, se deja que el papel se acondicione y a continuación se mide la blancura CIE en un espectrofotómetro Auto-Elrepho calibrado. Los resultados se muestran en la Tabla 3 y muestran claramente que la presente invención proporciona un nivel superior de blancura.
- 20

Tabla 3

Concentración (moles por 100 g de sólido seco)*	Blancura			
	Compuesto de fórmula (9)	Compuesto de fórmula (10)	Compuesto de fórmula (11)	Compuesto de fórmula (51)
0	84,4	84,4	84,4	84,4
0,00006	91,7	91,6	90,8	90,5
0,00012	95,6	97,4	95,5	95,2
0,00017	99,4	102,4	97,5	97,0
0,00029	103,3	108,6	100,7	98,8
0,00039	106,4	111,2	102,7	97,7
0,00058	109,1	115,4	104,2	92,4

(continuación)

Concentración (moles por 100 g de sólido seco)*	Blancura			
	Compuesto de fórmula (9)	Compuesto de fórmula (10)	Compuesto de fórmula (11)	Compuesto de fórmula (51)
0,00078	110,4	117,0	103,9	87,7
* moles por 100 g de sólido seco basado en moles de ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico por 100 g de sólido seco				

Ejemplo de aplicación 4

- 5 Se prepara una composición de revestimiento que contiene 700 partes de greda (disponible comercialmente bajo la marca Hydrocarb 90 de OMYA), 300 partes de arcilla (disponible comercialmente bajo la marca Kaolin SPS de IMERYS), 428 partes de agua, 6 partes de agente dispersante (una sal sódica de un poli(ácido acrílico) disponible comercialmente bajo la marca Polysalz S de BASF) y 200 partes de látex al 50% (un copolímero de estireno-butadieno disponible comercialmente bajo la marca DL 921 de Dow). El contenido de sólidos de la composición de revestimiento se ajusta hasta aprox. 65% mediante la adición de agua, y el pH se ajusta hasta 8 - 9 con hidróxido sódico.

15 La composición de revestimiento así formada se divide en pequeñas porciones a las que se añaden con agitación soluciones acuosas que contienen los compuestos de fórmula (21) y (51), respectivamente, preparados según el ejemplo 21 y el ejemplo comparativo 2 en una concentración de 0 a 0,0006 moles por 100 g de sólido seco (basándose los moles en ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico).

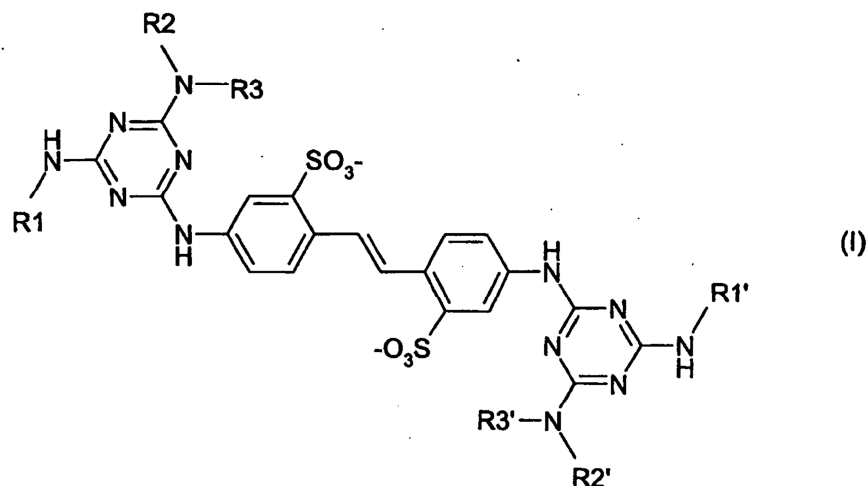
20 La composición de revestimiento abrillantada se aplica a continuación a una hoja básica de papel blanco neutralizada de 75 g/m² comercial usando un aplicador automático de barra de alambre arrollado con una graduación de velocidad estándar y una carga estándar sobre la barra. A continuación, el papel revestido se seca durante 5 minutos en un flujo de aire caliente. Posteriormente, se deja que el papel se acondicione y a continuación se mide la blancura CIE en un espectrofotómetro Auto-Elrepho calibrado. Los resultados se muestran en la Tabla 4 y muestran claramente que la presente invención proporciona un nivel superior de blancura.

Tabla 4

Concentración (moles por 100 g de sólido seco)*	Blancura	
	Compuesto de fórmula (21)	Compuesto de fórmula (51)
0	83,6	83,6
0,00023	98,5	98,3
0,00035	102,9	98,3
0,00046	105,8	95,1
0,00058	107,3	92,5
* moles por 100 g de sólido seco basado en moles de ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-disulfónico por 100 g de sólido seco		

REIVINDICACIONES

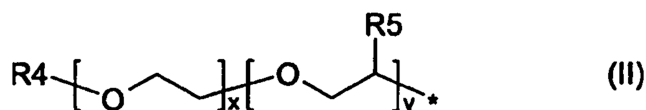
1. Agentes abrillantadores ópticos de fórmula (I)



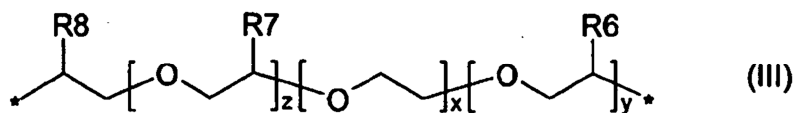
en los que

- 5 la carga aniónica en el abrillantador está equilibrada por una carga catiónica compuesta por uno o más cationes idénticos o diferentes seleccionados del grupo que consiste en hidrógeno, un catión de metal alcalino, un metal alcalinotérreo, amonio, amonio que está mono-, di-, tri- o tetrasustituido con un radical alquilo lineal o ramificado C₁-C₄, amonio que está mono-, di-, tri- o tetrasustituido con un radical hidroxialquilo lineal o ramificado C₁-C₄, amonio que está di-, tri- o tetrasustituido con una mezcla de un radical alquilo lineal o ramificado C₁-C₄ y un radical hidroxialquilo lineal o ramificado o mezclas de dichos compuestos,
- 10

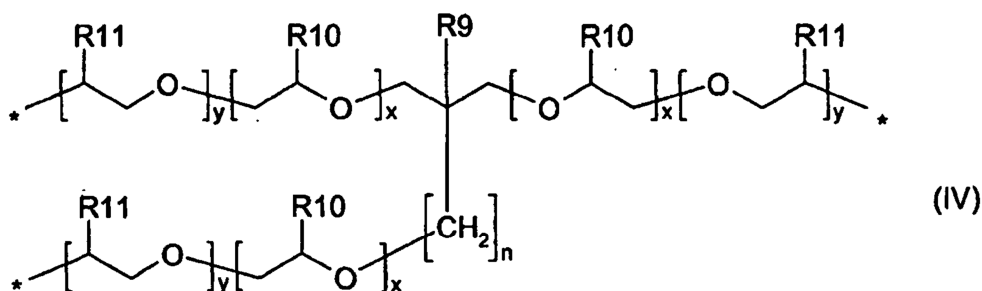
R1 y R1' pueden ser iguales o diferentes y significan un radical de fórmula (II)



o R1 junto con R1' significan un radical de fórmula (III)



- 15 o R1 junto con R2' significan un radical de fórmula (IV)



o mezclas de dichos compuestos

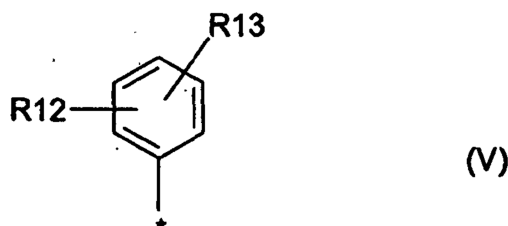
R2 y R2' pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, alquilo lineal o ramificado C₁-C₄, hidroxialquilo lineal o ramificado C₂-C₄, -CH₂CO₂⁻, -CH₂CH₂CONH₂ o -CH₂CH₂CN,

o R2 y R2' significan un radical de fórmula (II)

5 o R2 junto con R2' significan un radical de fórmula (III),

o R2 junto con R2' significan un radical de fórmula (IV),

o R2 y R2' significan un radical de fórmula (V),



o mezclas de dichos compuestos

10 R3 y R3' pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, alquilo lineal o ramificado C₁-C₄, hidroxialquilo lineal o ramificado C₂-C₄, -CH₂CO₂⁻, -CH(CO₂⁻)CH₂CO₂⁻, -CH(CO₂⁻)CH₂CH₂CO₂⁻, -CH₂CH₂SO₃⁻, -CH₂CH₂CO₂⁻, -CH₂CH(CH₃)CO₂⁻, bencilo,

o mezclas de dichos compuestos,

15 o R2 y R3 y/o R2 y R3 junto con el átomo de nitrógeno próximo significan un anillo de morfolina, piperidina, piperacina, pirrol o pirrolidina o mezclas de dichos compuestos

R12 y R13 pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, un radical alquilo lineal o ramificado C₁-C₆, halógeno, -SR¹⁴, -OR¹⁵, -NR¹⁶R¹⁷, -CONR¹⁸R¹⁹, -COR²⁰, -SO₂NR²¹R²², -CN, -CO₂⁻, -SO₃⁻ o mezclas de dichos compuestos

20 R4, R5, R6, R7, R8, R9, R10, R11, R14, R15, R16, R17, R18, R19, R20, R21 y R22 pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, fenilo o un radical alquilo lineal o ramificado C₁-C₂₅,

se prefiere que R5, R6, R7, R8, R10 y R11 sean CH₃ o H y se prefiere especialmente que sean CH₃

o mezclas de dichos compuestos,

x, y y z pueden ser iguales o diferentes y cada uno está en el intervalo de 0 a 200 con la condición de que x+y+z ≥ 5

n puede estar en el intervalo de 0 a 4

25 o mezclas de dichos compuestos.

2. Agente abrillantador óptico según la reivindicación 1, en el que en la fórmula (I) la carga aniónica está equilibrada por una carga catiónica compuesta por uno o más cationes idénticos o diferentes seleccionados del grupo que consiste en hidrógeno, Li, Na, K, Ca, Mg, amonio, amonio que está mono-, di-, tri- o tetrasustituido con un radical alquilo lineal o ramificado C₁-C₄, amonio que está mono-, di-, tri- o tetrasustituido con un radical hidroxialquilo lineal o ramificado C₁-C₄, amonio que está di-, tri- o tetrasustituido con una mezcla de un radical alquilo lineal o ramificado C₁-C₄ y un radical hidroxialquilo lineal o ramificado o mezclas de dichos compuestos,

30

R1 y R1' pueden ser iguales o diferentes y significan un radical de fórmula (II)

o R1 junto con R1' significan un radical de fórmula (III)

- o R1 junto con R1' significan un radical de fórmula (IV)
- o mezclas de dichos compuestos
- R2 y R2' pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, metilo, etilo, propilo, butilo, isopropilo, isobutilo, 2-hidroxietilo, 2-hidroxipropilo, $-\text{CH}_2\text{CO}_2^-$, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CONH}_2$ o $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CN}$,
- 5 o R2 y R2' significan un radical de fórmula (II)
- o R2 junto con R2' significan un radical de fórmula (III)
- o R2 junto con R2' significan un radical de fórmula (IV)
- o R2 y R2' significan un radical de fórmula (V),
- o mezclas de dichos compuestos
- 10 R3 y R3' pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, metilo, etilo, propilo, butilo, isopropilo, isobutilo, 2-hidroxietilo, 2-hidroxipropilo, $-\text{CH}_2\text{CO}_2^-$, $-\text{CH}(\text{CO}_2^-)\text{CH}_2\text{CO}_2^-$, $-\text{CH}(\text{CO}_2^-)\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CO}_2^-$, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_3^-$, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CO}_2^-$, $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CO}_2^-$, bencilo,
- o mezclas de dichos compuestos,
- 15 o R2 y R3 y/o R2 y R3 junto con el átomo de nitrógeno próximo significan un anillo de morfolina, piperidina o pirrolidina
- o mezclas de dichos compuestos
- R12 y R13 pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, 2-etilhexilo, F, Cl, Br, I, $-\text{SR}_{14}$, $-\text{OR}_{15}$, $-\text{NR}_{16}\text{R}_{17}$, $-\text{CONR}_{18}\text{R}_{19}$, $-\text{COR}_{20}$, $-\text{SO}_2\text{NR}_{21}\text{R}_{22}$, $-\text{CN}$, $-\text{CO}_2^-$, $-\text{SO}_3^-$
- 20 o mezclas de dichos compuestos
- R4, R5, R6, R7, R8, R9, R10, R11, R14, R15, R16, R17, R18, R19, R20, R21 y R22 pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, fenilo o un radical alquilo lineal o ramificado $\text{C}_1\text{-C}_{20}$
- se prefiere que R5, R6, R7, R8, R10 y R11 sean CH_3 o H y se prefiere especialmente que sean CH_3
- o mezclas de dichos compuestos,
- 25 x, y y z pueden ser iguales o diferentes y cada uno está en el intervalo de 0 a 200 con la condición de que $x+y+z \geq 5$
- n puede estar en el intervalo de 0 a 4
- o mezclas de dichos compuestos.
3. Agente abrillantador óptico según la reivindicación 1, en el que en la fórmula (I) la carga aniónica está equilibrada por una carga catiónica compuesta por uno o más cationes idénticos o diferentes seleccionados del grupo que consiste en hidrógeno, Na, K, amonio, trietanolamina, dimetilaminoetanol o mezclas de dichos compuestos,
- 30 R1 y R1' pueden ser iguales o diferentes y significan un radical de fórmula (II) o R1 junto con R1' significan un radical de fórmula (III)
- R2 y R2' pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, metilo, etilo, 2-hidroxietilo, 2-hidroxipropilo, $-\text{CH}_2\text{CO}_2^-$, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CONH}_2$ o $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CN}$,
- 35 o R2 y R2' significan un radical de fórmula (II)
- o R2 junto con R2' significan un radical de fórmula (III)
- o R2 y R2' significan un radical de fórmula (V),

R3 y R3' pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en metilo, etilo, 2-hidroxietilo, 2-hidroxipropilo, $-\text{CH}_2\text{CO}_2^-$, $-\text{CH}(\text{CO}_2^-)\text{CH}_2\text{CO}_2^-$, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_3^-$,

o mezclas de dichos compuestos,

o R2 y R3 y/o R2 y R3 junto con el átomo de nitrógeno próximo significan un anillo de morfolina

- 5 R12 y R13 pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, $-\text{CO}_2^-$, $-\text{SO}_3^-$

R4, R5, R6, R7, R8, R9, R10, R11, R14, R15, R16, R17, R18, R19, R20, R21 y R22 pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno o un radical alquilo lineal o ramificado $\text{C}_1\text{-C}_{20}$

se prefiere que R5, R6, R7, R8, R10 y R11 sean CH_3 o H y se prefiere especialmente que sean CH_3

x, y y z pueden ser iguales o diferentes y cada uno está en el intervalo de 0 a 150 con la condición de que $x+y+z \geq 5$

- 10 n puede estar en el intervalo de 0 a 4

o mezclas de dichos compuestos.

4. Agente abrillantador óptico según la reivindicación 1, en el que en la fórmula (I) la carga aniónica está equilibrada por una carga catiónica compuesta por uno o más cationes idénticos o diferentes seleccionados del grupo que consiste en Na, K, dimetilaminoetanol o mezclas de dichos compuestos,

- 15 R1 y R1' significan un radical de fórmula (II)

o R1 junto con R1' significan un radical de fórmula (III)

R2 y R2' significan un radical de fórmula (II)

o R2 y R2' significan un radical de fórmula (V),

R3 y R3' significan hidrógeno,

- 20 R12 y R13 se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, $-\text{CO}_2^-$, $-\text{SO}_3^-$

R4, R5, R6, R7, R8, R9, R10, R11, R14, R15, R16, R17, R18, R19, R20, R21 y R22 se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno o un radical alquilo lineal o ramificado $\text{C}_1\text{-C}_{20}$

se prefiere que R5, R6, R7, R8, R10 y R11 sean CH_3 o H y se prefiere especialmente que sean CH_3

x, y y z pueden ser iguales o diferentes y cada uno está en el intervalo de 0 a 100 con la condición de que $x+y+z \geq 5$

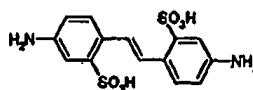
- 25 n puede estar en el intervalo de 0 a 4

o mezclas de dichos compuestos.

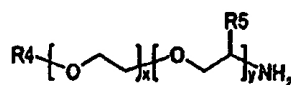
5. Procedimiento para la producción de un compuesto de fórmula (I) según una de las reivindicaciones 1 a 4, mediante la reacción por etapas de un haluro cianúrico con una amina, una diamina, una triamina o mezclas de esas aminas, en el que el haluro cianúrico se suspende en agua, o en un medio acuoso/orgánico, y la amina se introduce sin dilución, o en la forma de una solución o suspensión acuosa, y en el que para la sustitución del primer halógeno del haluro cianúrico por un compuesto de

- 30

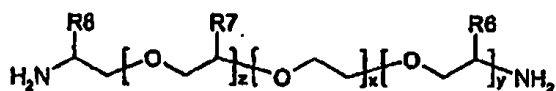
fórmula (VI):



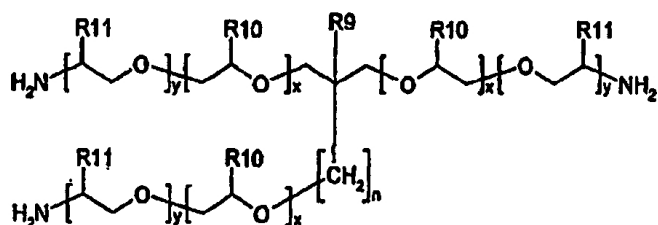
fórmula (VII):



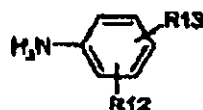
fórmula (VIII):



fórmula (IX):

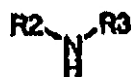


fórmula (X):



5 o

fórmula (XI):



la reacción se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 0 a 20°C y bajo condiciones de pH de ácidas a neutras, para la sustitución del segundo halógeno del haluro cianúrico por un compuesto de fórmula (VI), (VII), (VIII), (IX), (X) o (XI), la reacción se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 20 a 60°C y bajo condiciones de débilmente ácidas a débilmente alcalinas, y para la sustitución del tercer halógeno del haluro cianúrico por un compuesto de fórmula (VI), (VII), (VIII), (IX), (X) o (XI), la reacción se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 60 a 102°C y bajo condiciones de débilmente ácidas a alcalinas.

6. Uso de un agente abrillantador óptico según al menos una de las reivindicaciones 1-4, para el abrillantamiento óptico de fibras celulósicas naturales o regeneradas, fibras de poliamida o poliuretano naturales o sintéticas, preparaciones de pigmentos naturales o sintéticos, materiales textiles o papel o para el abrillantamiento óptico y acabado a prueba de arrugas simultáneo de algodón.

7. Uso de un agente abrillantador óptico según la reivindicación 1, en el que el compuesto de fórmula (I) se emplea en una cantidad en el intervalo de 0,00001 a 5% en peso basado en el peso del sustrato celulósico seco.

8. Uso de un agente abrillantador óptico según al menos una de las reivindicaciones 1-4, para el tratamiento de papel en la prensa de apresto con soluciones o suspensiones de apresto, en el que el compuesto de fórmula (I) se emplea en una cantidad en el intervalo de 0,0001 a 125 gramos por litro de las soluciones o suspensiones de apresto.
- 5 9. Uso de un agente abrillantador óptico según al menos una de las reivindicaciones 1-4, en composiciones de revestimiento pigmentadas, en el que el compuesto de fórmula (I) se emplea en una cantidad en el intervalo de 0,00001 a 5% en peso basado en el peso del pigmento blanco.