



PATENTE DE INVENCION  
\*\*\*\*\*

Case 2984 105N/NO/RS

370994

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION	IPC
CLASE	609 D06
SUBCLASE	b

*Memoria Descriptiva*

*obras*

**370994**

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS AZOICOS

\*\*\*\*\*

*Solicitante* SANDOZ, A.G., entidad suiza, residente en: Basilea, Suiza.

\*\*\*\*\*

BAD ORIGINAL

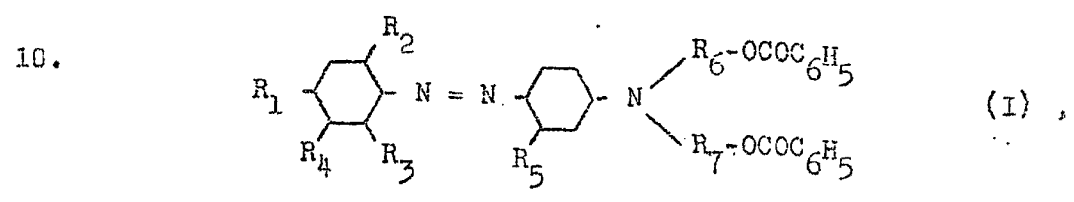
29 JUL 1964

370994

-2-

5. La presente invención se refiere a compuestos para-(di-benzoiloxialquil)-aminoazobencénico que son excelentemente adecuados para teñir o estampar fibras o hilos, o materiales preparados de ellos, de compuestos orgánicos de alto peso molecular, hidrofobos, total o semisintéticos,

Los nuevos compuestos corresponden a la fórmula:



15. en la que R<sub>1</sub> se elige entre un grupo nitro, un grupo sulfonamida y un grupo alquilsulfonilo, en caso dado sustituido; R<sub>2</sub> se elige entre un átomo de cloro y de bromo; uno de los sustituyentes R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> se elige entre un átomo de cloro y de bromo y el otro es un átomo de hidrógeno; R<sub>5</sub> se elige entre un átomo de hidrógeno, de cloro y de bromo y un grupo metilo; R<sub>6</sub> y R<sub>7</sub>, independientes entre sí, son restos alifáticos, en caso dado sustituidos y/o interrumpidos por heteroátomos, y la molécula está libre de grupos ácidos sulfónico.

25. Sustituyentes preferentes en los grupos sul-

29 AGO 1951



370994

-3-

- fonamida y carboxilamida son los restos alquilo o fenilo, en caso dado ulteriormente sustituidos. Los mencionados restos alquilo contienen por lo general 1, 2, 3 ó 4 átomos de carbono y pueden estar
5. sustituidos, por ejemplo, por átomos de cloro o de bromo, por grupos ciano, fenilo, alcoxi, acilo o aciloxi. Los restos fenilo pueden llevar, por ejemplo, los sustituyentes mencionados y, entre otros, también grupos alquilo o nitro.
10. Los grupos acilo preferentes corresponden a las fórmulas  $R-X-$  ó  $R'-Y-$ ; aquí significan: R un resto hidrocarburo, en caso dado sustituido y/o conteniendo heteroátomos, preferentemente un grupo alquilo o fenilo; X significa un resto de
15. fórmula  $-O-CO-$  ó  $-SO_2-$ ; R' significa un átomo de hidrógeno ó R; e Y significa un resto de fórmula  $-CO-$ ,  $NR'-CO-$  ó  $-NR'-SO_2-$ ;  $R_6$  y  $R_7$  significan preferentemente restos alquileno con 1, 2, 3 ó 4 átomos de carbono, que en caso dado están interrumpidos por átomos de oxígeno, un puente  $-NR'-$  ó  $-CO-NH-$ .
20. Preferentemente, en la fórmula (I)  $R_1$  se elige entre un grupo nitro, un grupo alquilsulfonilo de bajo peso molecular, pudiendo llevar el grupo alquilo como sustituyentes átomos de cloro o
25. de bromo, restos ciano, hidroxilo, acetoxi o fenilo,

29 AGO 1969



370994

-4-

- un grupo aminosulfonilo que, como sustituyentes, puede llevar uno o dos restos alquilo de bajo peso molecular, un grupo hidroxialquilo y cianalquilo de bajo peso molecular,  $R_2$  se elige entre un átomo de cloro y de bromo, uno de los sustituyentes  $R_3$  y  $R_4$  se elige entre un átomo de cloro y de bromo y el otro es un átomo de hidrógeno,  $R_5$  se elige entre un átomo de hidrógeno, de cloro y de bromo, y un grupo metilo,  $R_6$  y  $R_7$ , independientes entre sí, se eligen entre un grupo alquileno de bajo peso molecular, que puede llevar átomos de cloro o de bromo o grupos metoxi como sustituyentes, un grupo alquileno de bajo peso molecular, un grupo alquileno- $\text{NCH}_3$ -alquileno de bajo peso molecular y un grupo alquileno- $\text{CO-NH}$ -alquileno de bajo peso molecular.

- Como "de bajo peso molecular" se denominan aquí los restos alifáticos que contienen 1 hasta 4 átomos de carbono, pudiendo contener cada resto alquileno en los restos alquileno- $\text{O}$ -alquileno, alquileno- $\text{NCH}_3$ -alquileno y alquileno- $\text{CO-NH}$ -alquileno, de 1 a 4 átomos de carbono.

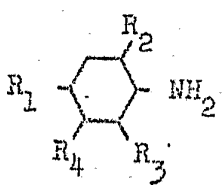
- La preparación de los nuevos compuestos azoicos se efectúa por diazotación de una amina de fórmula:

370994

29 AGO 1969

-5-

370994

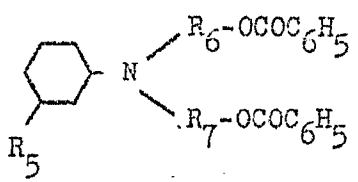


(II)

5.

y copulación del compuesto diazoico obtenido con un compuesto de fórmula:

10.



(III)

15.

La copulación se efectua por lo general en medio ácido, en caso dado tamponado, bajo refrigeración, a temperaturas entre -10° y +40°C, especialmente entre 0° y 5°C. Como sustancia tampón entra en consideración especialmente el acetato de sodio.

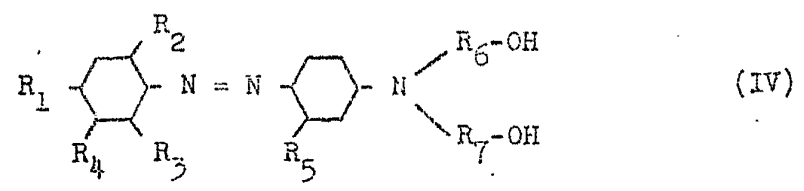
20.

Los nuevos compuestos azoicos de fórmula (I) se pueden preparar también por acilación de un mol de un compuesto de fórmula:

29 ABO 1966  
SECRETARIA DEL S

370994

-5-



5.

con dos moles de ácido benzoico ó uno de sus derivados funcionales.

10.

Como derivados funcionales del ácido benzoico entran en consideración, por ejemplo, los haluros de ácido, especialmente los cloruros o bromuros de ácido, los anhídridos o los ésteres de alcoholes de bajo peso molecular, por ejemplo, el éster metílico o etílico.

15.

Es especialmente conveniente transformar los nuevos colorantes así obtenidos antes de su empleo en preparados de tñido. La elaboración a preparados de tñido se efectúa en general en forma conocida, por ejemplo, mediante molturación en presencia de medios de dispersión y/o de carga.

20.

Con los preparados, en caso dado secados en vacío o por aspección, se puede tñir, impregnar o estampar, después de agregar más o menos agua, en la así llamada flota larga o corta.

25.

Los colorantes penetran excelentemente a partir de una suspensión acuosa en el material



-7- 370994

5. textil de productos orgánicos de alto peso molecular, hidrofobos, total o semisintéticos. Son adecuados para teñir y estampar material textil de 2 $\frac{1}{2}$ -acetato de celulosa, triacetato de celulosa y poliamidas sintéticas, así como para teñir poliolefinas. Son especialmente adecuados para teñir o estampar materiales textiles de poliésteres aromáticos lineales.

10. Se tiñe según procedimientos en sí conocidos. Las fibras de poliéster se pueden teñir en presencia de "carrier", a temperaturas entre unos 80° y 125°, o en ausencia de "carrier", bajo presión, unos 100° hasta 140°C, según el procedimiento de extracción. Los nuevos colorantes son especialmente adecuados para su aplicación en el procedimiento termosol,

15. Según éste, se impregnan, foulardan o estampan las fibras de poliéster con las dispersiones acuosas de los nuevos colorantes y las impregnaciones obtenidas se fijan a unos 140° hasta 230°, por ejemplo, con ayuda de vapor de agua o aire.

20. En la zona de temperaturas especialmente favorable entre unos 180° y unos 220°, los colorantes se difunden rápidamente en la fibra de poliéster y ya no subliman más, incluso cuando sobre éstas se dejan actuar altas temperaturas durante un tiempo prolongado.

25.

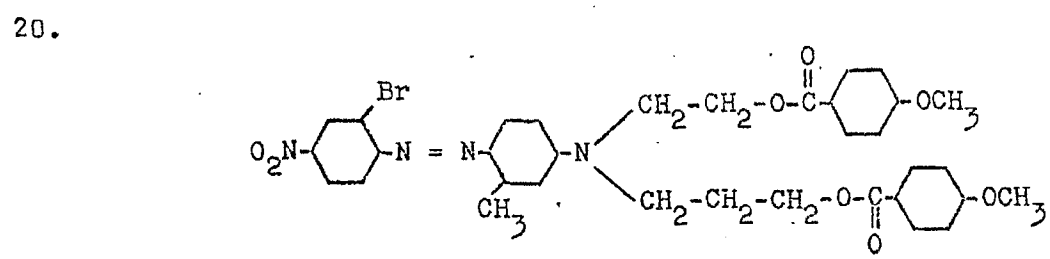


-3- 370994

Los tonidos son excelentemente sólidos a la termofijación, al sublimado, al plisado, a la luz, al gas de humos, al ozono, al cloro y al sobreteñido. Se destacan además por unas solidez al mojado muy buenas, por ejemplo, por una solidez al agua, al agua de mar, al lavado y al sudor. Los colorantes son estables al hervor y a la reducción a temperaturas hasta 220°C y especialmente a 80 hasta 140°C, y poseen una buena reserva sobre algodón.

De especial importancia práctica es el excelente comportamiento a la fijación con relación a los distintos procesos de planchado permanente. Los colorantes son, por ejemplo, excelentemente estables contra los efectos de los distintos procesos de planchado permanente y no son modificados por el apresto "soil-release".

En comparación con el colorante mencionado en la patente británica nº 852.396, como ejemplo de la tabla II, de fórmula:



25. los colorantes de la presente invención, que más se



-9- 370994

5. le pueden comparar, poseen una capacidad de penetración considerablemente mejor al teñir en presencia de "carrier" a temperatura de ebullición y al teñir en ausencia de "carrier", bajo presión, a 100 hasta 140°C.

En los ejemplos siguientes, las partes significan partes en peso y las temperaturas se indican en grados centígrados.

Ejemplo 1

10. En 200 partes de ácido sulfúrico concentrado se introducen lentamente, a 65 - 70°, 7,5 partes de nitrito sódico. Después de enfriar a 15°, se agregan 20,7 partes de 1-amino-2,6-dicloro-4-nitrobenzeno. Se diazota durante 3 horas a 10-15° y entonces se vierte la solución oscura, bajo agitación,
15. en una mezcla de 350 partes de hielo y 160 partes de agua. A la solución diazoica así preparada, se vierte, a 0-3°, una solución de 39 partes de N,N-di-(2'-benzoiloxietil)-aminobenceno en 90 partes de
20. ácido acético. Se termina la copulación agregando 250 partes de acetato sódico. El colorante marrón rojizo precipitado se separa por filtración y se seca. Con este colorante se obtienen teñidos marrón-amarillos, muy sólidos a la luz y la termofijación,
25. sobre material de fibra de poliéster.



1939

-10- 370994

Ejemplo 2

- 20,7 partes de 1-amino-2,6-dicloro-4-nitrobenzono se diazotan según las indicaciones del ejemplo 1. A la solución diazoica así preparada, se vierte, a 0-3°, una solución de 20,4 partes de 1-N,N-di-(2'-benzoiloxietil)amino-3-metilbenzono en 90 partes de ácido acético. El colorante marrón se separa por filtración y se seca. Sobre poliéster se obtienen con este colorante unos teñidos marrones muy sólidos a la luz y la termofijación.
- 5.
- 10.

Ejemplo 3

- En 110 partes de ácido sulfúrico concentrado se introducen, lentamente a 65-70°, 7,5 partes de nitrito sódico. A continuación se agregan, a 60°, 24 partes de 1-amino-2,6-dicloro-4-metilsulfonil-benzono. Después de agitar durante dos horas a 60° se enfría a 10° y se agregan 4 partes de úrea. A la solución diazoica así preparada, se vierte, a 10°, una solución de 39 partes de N,N-di-(2'-benzoiloxietil)-aminobenzono en 90 partes de ácido acético. La mezcla obtenida se vierte, bajo agitación, en 500 partes de hielo. El colorante naranja precipitado se separa por filtración y se seca. Tiñe el poliéster en tonalidades naranja muy sólidas a la termofijación.
- 15.
- 20.

Ejemplo 4

25. A 65-70°, se prepara una solución de ácido nitrosil-

29



-11-

370994

- sulfúrico a partir de 7,5 partes de nitrito sódico y 110 partes de ácido sulfúrico concentrado. Después de enfriar a 15<sup>o</sup>, se agregan 100 partes de ácido acético y a continuación se introducen 20,9 partes
5. de dimetilamida del ácido 1-amino-2,5-diclorobenceno-4-sulfónico, seguida de 100 partes de ácido acético. La mezcla se agita durante tres horas a 10-15<sup>o</sup> y después se mezcla con 4 partes de úrea. A esta solución diazoica, se vierte, a 10<sup>o</sup>, una solución de 30
10. partes de N,N-di-(2'-benzoiloxietil)-amonobenceno en 90 partes de ácido acético. El colorante rojo-naranja precipitado se separa por filtración y se seca. Con este colorante se obtienen sobre poliéster unos teñidos naranja muy sólidos a la termofijación.
15. Ejemplo 5  
20,7 partes de 1-amino-2,6-dicloro-4-nitrobenceno se diazotan según las indicaciones del ejemplo 1. En la solución diazoica preparada, se vierte, a 0-3<sup>o</sup>, una solución de 18,1 partes de N,N-dioxielil-aminobenceno
20. en 30 partes de ácido acético. La copulación se termina mediante adición de 250 partes de acetato sódico. 39,9 partes del colorante así obtenido se disuelven en 100 partes de piridina y gota a gota se mezcla con una mezcla de 30 partes de cloruro de benzoílo en 30
25. partes de benceno. La mezcla se agita durante 1 hora



370994

5. a 40-45°, se separa por filtración del clorhidrato de piridina precipitado, se evapora el filtrado bajo vacío y el colorante, que es idéntico al obtenido según el ejemplo 1, se precipita mediante adición de agua.

Ejemplo 6

10. 20,7 partes de 1-amino-2,6-dicloro-4-nitrobenzono se diazotan según las indicaciones del ejemplo 1. A la solución diazoica preparada, se vierte, a 0-3°, una solución de 19,5 partes de 1-(N,N-dioxiel)-amino-3-metil-benceno en 90 partes de ácido acético. La copulación se termina mediante adición de 250 partes de acetato sódico.

15. 41,3 partes del colorante así obtenido se disuelven en 250 partes de acetona. Se agregan 12 partes de óxido de magnesio y se vierten 30 partes de cloruro de benzoílo. La mezcla se agita durante 1 hora a 54-56°. Se enfría a 40°, se separa por filtración del residuo inorgánico y el filtrado se evapora bajo vacío.
20. Como residuo se obtiene un colorante marrón que es idéntico al que se obtiene según el ejemplo 2.

Ejemplos de aplicación

25. A.) 7 partes del colorante preparado según el ejemplo 1, se molturan en un molino de bolas, con 4 partes de dinaftilmetanodisulfonato sódico, 4 partes de ce-



370994

-13-

- tilsulfato sódico y 5 partes de sulfato sódico anhidro, durante 48 horas, hasta obtener un polvo fino.
5. 1 parte del preparado de tinte así obtenido se amasa con un poco de agua y la suspensión obtenida se agrega, a través de un tamiz, a un baño de tinte que contiene 2 partes de laurilsulfato sódico en 4000 partes de agua. La proporción de flota asciende a 1:40. Se introducen ahora en el baño 100 partes de
10. tejido de poliéster limpiado a 40-50°, se agregan 20 partes de un benceno clorado emulsionado en agua, el baño se calienta lentamente a 100° y se tinte durante 1-2 horas a 95-100°. El tejido tinto se lava, se saponifica, se vuelve a lavar y se seca. El tinte
15. marrón-amarillo es excelentemente sólido a la luz, al lavado, al agua, al agua de mar, al sudor, al sublimado, a la termofijación, al plisado, al planchado permanente y a los gases de humos.
- B.) 7 partes del colorante preparado según el ejemplo 2, se molturan con 6,5 partes de dinaftilmetano-
20. disulfonato sódico, 6,5 partes de polvo de lixiviación de celulosa al sulfito y 100 partes de agua, en un molino de bolas. La pasta obtenida se seca por pulverización.
25. En 2 partes del preparado de tinte obteni-



370994

-14-

- do, en 1000 partes de agua calentada a 40-50<sup>o</sup>, se introducen 100 partes de tejido de poliéster limpiado y se calienta lentamente. Se tiñe durante unos 60 minutos, bajo presión a 130<sup>o</sup>, y después de enjuagar, saponificar, enjuagar y secar se obtiene un tejido marrón igualado con las mismas propiedades de solidez que las mostradas por el tejido según el ejemplo A.)
5. C.) Una suspensión acuosa, finamente dispersa, de 30 partes del preparado de colorante obtenido según las indicaciones en el ejemplo 8, 70 partes de dinaftilmetanodisulfonato sódico y 3 partes de alginato sódico, se completa con agua a 1000 partes y se mezcla bien. Un tejido de poliéster se foularda con la flota de impregnación obtenida a 20<sup>o</sup>, se seca con aire de 60 - 100<sup>o</sup> y a continuación se trata con aire caliente, seco, a 230<sup>o</sup>, durante 60 segundos. Después se enjuaga el tejido, se saponifica, se vuelve a enjuagar y se seca. Se obtiene un tejido marrón igualado y muy sólido.
10. 15. 20.
25. En la tabla dada a continuación se indican ulteriores colorantes según la presente invención de la fórmula (I) que se pueden obtener según las instrucciones de trabajo indicadas en los ejemplos 1 a 6.



370994

Ejemplo No	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	R <sub>7</sub>	Tonalidad
7	NO <sub>2</sub>	Cl	Cl	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	marrón-amarillo
8	NO <sub>2</sub>	Cl	Cl	H	CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH-   CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH-   CH <sub>3</sub>	marrón
9	NO <sub>2</sub>	Cl	Cl	H	CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CO-NH-CH <sub>2</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	marrón
10	NO <sub>2</sub>	Cl	Cl	H	Br	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	marrón-amarillo
11	NO <sub>2</sub>	Br	Br	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	" "
12	NO <sub>2</sub>	Br	Br	H	H	-CH <sub>2</sub> -CH-   CH <sub>2</sub> -Cl	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	" "
13	NO <sub>2</sub>	Br	Br	H	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	marrón
14	NO <sub>2</sub>	Br	Br	H	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	"
15	NO <sub>2</sub>	Br	Br	H	Cl	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -	marrón-amarillo
16	NO <sub>2</sub>	Br	Br	H	Br	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -N-CH <sub>2</sub> -   CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -N-CH <sub>2</sub> -   CH <sub>3</sub>	" "
17	NO <sub>2</sub>	Br	Br	H	CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH-   CH <sub>2</sub> -OCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	marrón
18	NO <sub>2</sub>	Br	H	Br	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	rojo
19	NO <sub>2</sub>	Br	H	Br	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	rojo-marrón
20	NO <sub>2</sub>	Br	H	Br	Br	-CH <sub>2</sub> -	-CH <sub>2</sub> -	rojo
21	NO <sub>2</sub>	Cl	H	Cl	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	rojo
22	NO <sub>2</sub>	Cl	H	Cl	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	rojo-marrón



-16- 370994

Ejemplo No	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	R <sub>7</sub>	Tonalidad
23	NO <sub>2</sub>	Cl	H	Cl	Cl	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub>	rojo
24	NO <sub>2</sub>	Br	Cl	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	marrón-amarillo
25	NO <sub>2</sub>	Br	Cl	H	CH <sub>2</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	marrón
26	NO <sub>2</sub>	Br	Cl	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	marrón-amarillo
27	NO <sub>2</sub>	Br	Cl	H	CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH-   CH <sub>2</sub> -OCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH-   CH <sub>2</sub> -OCH <sub>3</sub>	marrón
28	NO <sub>2</sub>	Br	Cl	H	Cl	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -	marrón-amarillo
29	CH <sub>3</sub> SO <sub>2</sub> -	Cl	Cl	H	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -	amarillo
30	CH <sub>3</sub> SO <sub>2</sub> -	Cl	Cl	H	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	amarillo
31	CH <sub>3</sub> SO <sub>2</sub> -	Cl	Cl	H	Br	-CH <sub>2</sub> -CH-   CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH-   CH <sub>3</sub>	amarillo
32	CH <sub>3</sub> SO <sub>2</sub> -	Br	Br	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	amarillo
33	CH <sub>3</sub> SO <sub>2</sub> -	Br	Br	H	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	amarillo
34	CH <sub>3</sub> SO <sub>2</sub>	Cl	H	Cl	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub>	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -	naranja
35	CH <sub>3</sub> SO <sub>2</sub> -	Cl	H	Cl	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	naranja-marrón
36	CH <sub>2</sub> SO <sub>2</sub>	Cl	H	Cl	Cl	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	naranja



-17- **370994**

Ejemplo No	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	R <sub>7</sub>	Tonalidad
37	CH <sub>3</sub> SO <sub>2</sub> -	Br	H	Br	H	-CH <sub>2</sub> -CH-   CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH-   CH <sub>3</sub>	naranja
38	CH <sub>3</sub> SO <sub>2</sub> -	Br	H	Br	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	naranja-marrón
39	CH <sub>3</sub> SO <sub>2</sub> -	Br	Br	H	H	-CH <sub>2</sub> -CO-NH-CH <sub>2</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	amarillo
40	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> SO <sub>2</sub> -	Cl	Cl	H	H	-CH <sub>2</sub> -	-CH <sub>2</sub> -	amarillo
41	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> SO <sub>2</sub>	Br	Cl	H	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	"
42	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>2</sub> -SO <sub>2</sub> -	Cl	Cl	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	"
43	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>2</sub> -SO <sub>2</sub> -	Br	Cl	H	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	"
44	HO-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> SO <sub>2</sub> -	Br	H	Br	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	naranja
45	HO-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> SO <sub>2</sub> -	Cl	Cl	H	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	naranja-marrón
46	CH OCOC H SO <sub>2</sub> -	Br	Cl	H	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	naranja-marrón
47	CH OCOC H SO <sub>2</sub> -	Br	Br	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	amarillo
48	NC-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> SO <sub>2</sub> -	Cl	Cl	H	H	-CH <sub>2</sub> -CH-   CH <sub>2</sub> -Cl	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	amarillo
49	NC-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> SO <sub>2</sub> -	Cl	H	Cl	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	naranja
50	NC-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> SO <sub>2</sub> -	Br	H	Br	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	naranja-marrón

29 MAR 1969

370994

-18-

Ejem plo No	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	R <sub>7</sub>	Tonalidad
51	$\text{Cl}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{SO}_2^-$	Br	Br	H	Br	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	amarillo
52	$\text{BrCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{SO}_2^-$	Br	Br	H	H	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	amarillo
53	$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NSO}_2^-$	Cl	Cl	H	H	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	"
54	$(\text{CH}_3)_2\text{NSO}_2^-$	Cl	Cl	H	$\text{CH}_3$	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	"
55	$(\text{CH}_3)_2\text{NSO}_2^-$	Cl	Cl	H	Br	$-\text{C}_2\text{H}_4-\text{O}-\text{C}_2\text{H}_4-$	$-\text{C}_2\text{H}_4-\text{O}-\text{C}_2\text{H}_4-$	"
56	$(\text{CH}_3)_2\text{NSO}_2^-$	Br	Br	H	H	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	"
57	$(\text{CH}_3)_2\text{NSO}_2^-$	Br	Br	H	$\text{CH}_3$	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	"
58	$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NSO}_2^-$	Br	Br	H	Cl	$-\text{CH}_2-\underset{\text{CH}_3}{\text{CH}}-$	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	"
59	$(\text{CH}_3)_2\text{NSO}_2^-$	Cl	H	Cl	$\text{CH}_3$	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	naranja marrón
60	$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NSO}_2^-$	Cl	H	Cl	Cl	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	naranja
61	$(\text{CH}_3)_2\text{NSO}_2^-$	Br	H	Br	H	$-(\text{CH}_2)_3-$	$-(\text{CH}_2)_3-$	"
62	$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NSO}_2^-$	Br	H	Br	$\text{CH}_3$	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	naranja marrón
62	$(\text{CH}_3)_2\text{NSO}_2^-$	Br	H	Br	Br	$-\text{C}_2\text{H}_4-\underset{\text{CH}_3}{\text{N}}-\text{C}_2\text{H}_4-$	$-\text{C}_2\text{H}_4-\underset{\text{CH}_3}{\text{N}}-\text{C}_2\text{H}_4-$	naranja



370994

Ejemplo No	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	R <sub>7</sub>	Tonalidad
63	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NSO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Br	H	Br	Br	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -N-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -   CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -N-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -   CH <sub>3</sub>	naranja
64	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NSO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Cl	Br	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	amarillo
65	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NSO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Cl	Br	H	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	"
66	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NSO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Cl	Br	H	Cl	-CH <sub>2</sub> -CO-NH-CH <sub>2</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	"
67	H <sub>2</sub> N-SO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Cl	Cl	H	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	"
68	H <sub>2</sub> N-SO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Br	H	Br	H	-CH <sub>2</sub> -CH-   CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH-   CH <sub>3</sub>	"
69	CH <sub>3</sub> NHSO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Br	Br	H	H	-CH <sub>2</sub> -CH-   CH <sub>2</sub> -Cl	-CH <sub>2</sub> -CH-   CH <sub>2</sub> -Cl	"
70	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NHSO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Br	Cl	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	"
71	HO-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -NHSO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Cl	H	Cl	H	-CH <sub>2</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	naranja
72	HO-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -NH-SO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Br	Br	H	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	amarillo
73	NC-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -NHSO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Cl	Cl	H	CH <sub>3</sub>	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -	"
74	NC-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -NHSO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Br	Br	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	"

29 AGO 1969

370994

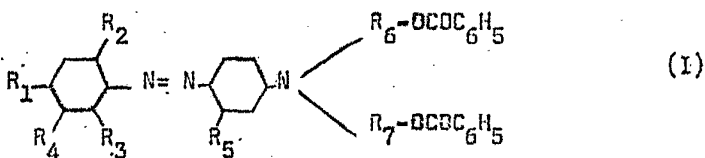
-20-

Ejemplo No	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	R <sub>7</sub>	Tonalidad
75	$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{NC-C}_2\text{H}_4 \\ \diagup \\ \text{NSO}_2 \end{array}$	Cl	H	Cl	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	naranja
76	$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{NC-C}_2\text{H}_4 \\ \diagup \\ \text{NSO}_2 \end{array}$	Br	Br	H	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	amarillo
77	$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \\ \text{NC-C}_2\text{H}_4 \\ \diagup \\ \text{NSO}_2 \end{array}$	Br	Cl	H	H	$\begin{array}{c} \text{-CH}_2\text{-CH-} \\   \\ \text{CH}_2\text{-OCH}_3 \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{-CH}_2\text{-CH-} \\   \\ \text{CH}_2\text{-OCH}_3 \end{array}$	"
78	$\begin{array}{l} \text{NC-C}_2\text{H}_4 \\ \diagdown \\ \text{NSO}_2 \\ \diagup \\ \text{NC-C}_2\text{H}_4 \end{array}$	Br	H	Br	CH <sub>3</sub>	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -	naranja marrón
79	$\begin{array}{l} \text{NC-C}_2\text{H}_4 \\ \diagdown \\ \text{NSO}_2 \\ \diagup \\ \text{NC-C}_2\text{H}_4 \end{array}$	Cl	Cl	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	amarillo
80	$\begin{array}{l} \text{HO-C}_2\text{H}_4 \\ \diagdown \\ \text{NSO}_2 \\ \diagup \\ \text{HO-C}_2\text{H}_4 \end{array}$	Br	Cl	H	H	$\begin{array}{c} \text{-CH}_2\text{-CH-} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{-CH}_2\text{-CH-} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	amarillo
81	$\begin{array}{l} \text{NC-C}_2\text{H}_4 \\ \diagdown \\ \text{NSO}_2 \\ \diagup \\ \text{HO-C}_2\text{H}_4 \end{array}$	Cl	H	Cl	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	naranja marrón
82	$\begin{array}{l} \text{NC-C}_2\text{H}_4 \\ \diagdown \\ \text{NSO}_2 \\ \diagup \\ \text{HO-C}_2\text{H}_4 \end{array}$	Br	Br	H	Br	-CH <sub>2</sub> -CO-NH-CH <sub>2</sub> -	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	amarillo



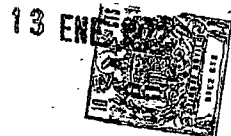
5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Suiza nº 13 050/68 de 30 de agosto de 1968 acogiéndose, por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS AZOICOS, caracterizándose por lo siguiente:

10. 13.- Procedimiento para la obtención de compuestos azoicos, de fórmula:



20. en la que R<sub>1</sub> se elige entre un grupo sulfonamida y un grupo sulfonamida y un grupo alquilsulfonilo, en caso dado sustituido; R<sub>2</sub> se elige entre un átomo de cloro y de bromo; uno de los sustituyentes R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> se elige entre un átomo de cloro y de bromo y el otro es un átomo de hidrógeno; R<sub>5</sub> se elige entre un átomo de hidrógeno, de cloro y de bromo y un grupo metilo; R<sub>6</sub> y R<sub>7</sub>, independientes entre sí, son restos alifáticos, en caso dado sustituidos y/o interrumpidos por heteroátomos, y la molécula está libre de grupos ácido sulfónico, caracterizado porque una amina de fórmula:



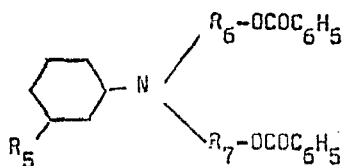


en la que R<sub>1</sub> a R<sub>4</sub> se definen como anteriormente, se transforma con ácido nitrosilsulfúrico, o disuelta en un ácido fuerte, tal como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico o ácido fórmico, con un nitrito alcalino, o disuelta en un ácido con un compuesto de nitrito alcalino, tal como nitrito amilico de fórmula H<sub>11</sub>C<sub>5</sub>-O-NO, a temperaturas entre -5°C y +100°C, en la sal diazoica de fórmula:



y ésta, a temperaturas entre -10°C y +70°C, se reúne con una solución o suspensión del compuesto de fórmula

10.

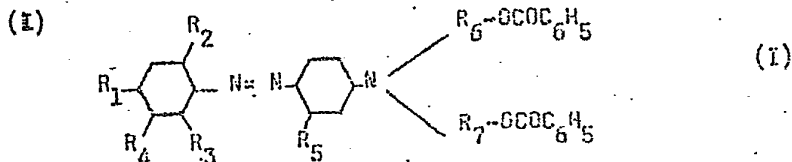


en la que R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub> y R<sub>7</sub> se definen como anteriormente, con lo que se realiza, a un pH entre 1 y 7, la copulación al compuesto de fórmula (I)

15.

2a.- Procedimiento según la reivindicación 1a, caracte-

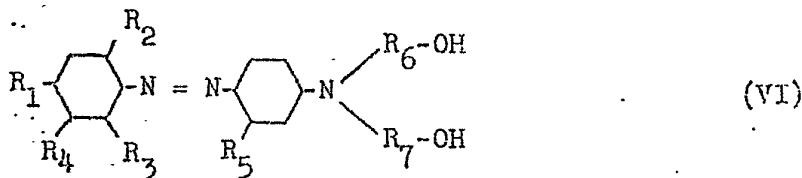
rizado porque para la obtención de los compuestos azoicos de fórmula:



20.

en la que R<sub>1</sub> representa un grupo nitro, además de un grupo sulfonamida y un grupo alquilsulfonilo; en caso dado sustituido, y R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub> y R<sub>7</sub> se definen como anteriormente, 1 mol de un compuesto azoico de fórmula

25.



30.

370994



se acila con dos moles de ácido benzoico, respectivamente uno de sus derivados funcionales.

3ª.- Procedimiento para la obtención de compuestos azoicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de 23 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

13 ENE. 1972

SANDOZ, A.G.

**A. GOMEZ ACEBO Y MODEI**  
D. J. Fernández F. Hernández Isla