

372074

SECCION	CINCA
GRUPO	ASOCIACION P. C.
CLASE	C09
SUBCLASE	B

PATENTE DE INVENCION

Case 15-3046/B.
1050/HW/DM.

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS AZOICOS.

31

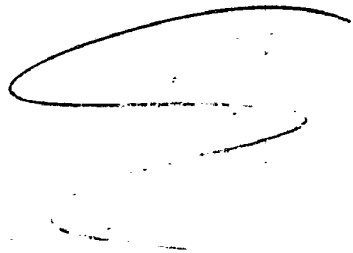


Solicitante: SANDOZ, A.G., entidad suiza, residente en Basilea,
Suiza.

378074



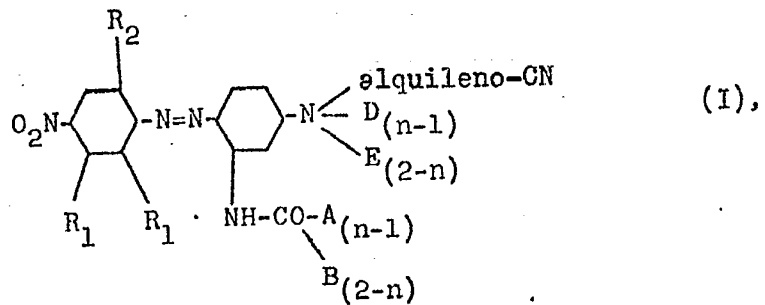
- Le presente invención se relaciona con compuestos azoicos de la serie 2-cloro-4-nitro-2'-acilamino-4'-(N-cisnoalquil-N-acil- ó -aciloxialquil)-amino-1,1'-azobencénica que son excelentemente adecuados para teñir y estampar fibras, hilos y materiales preparados a partir de ellos, de sustancias orgánicas de alto peso molecular, semi- y totalmente sintéticas, hidrófobas, y con un procedimiento para su obtención.
- 5.



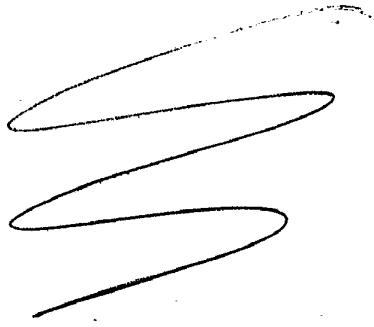
- 2 - 378074 3



Los nuevos compuestos corresponden a la fórmula



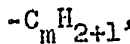
5. en la que los dos símbolos R_1 significan hidrógeno, respectivamente una R_1 significa hidrógeno y la otra cloro y bromo, R_2 significa cloro y bromo, A se elige entre alquilo, alcoxi, fenilo y feniloxi, B se elige entre alcoxi, fenilo y feniloxi, D se elige entre alcóxicarboniloxialquilo, feniloxicarboniloxialquilo, benzoiloxialquilo, feniloxicarbonilalquilo y alcóxicarboniletilo, E significa alquilcarboniloxialquilo y todas las n significan, en forma concordante, 1 - 2 denominándose siempre con "alquilo", "alquileno" y "alcoxi", restos que contienen hasta 4 átomos de carbono y pudiendo los restos alquilo de fórmulas:
- 10.



378074

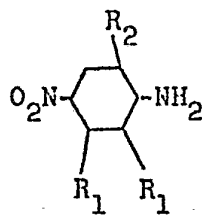


- 3 -



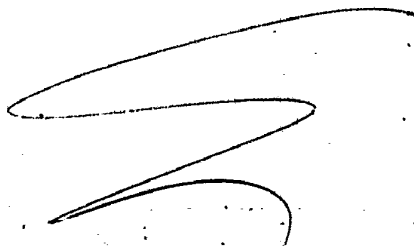
5. enlazados tanto a los átomos de carbono como a los de oxígeno, y en donde m significa 1, 2, 3, 4, estar sustituidos por cloro, bromo, ciano y alcoxi. Preferentemente, los restos alquilo en la fórmula (I) que están enlazados al átomo de nitrógeno terciario, representen restos etileno.

La obtención de los nuevos compuestos se efectúa por diazotación de una amina de fórmula



(II)

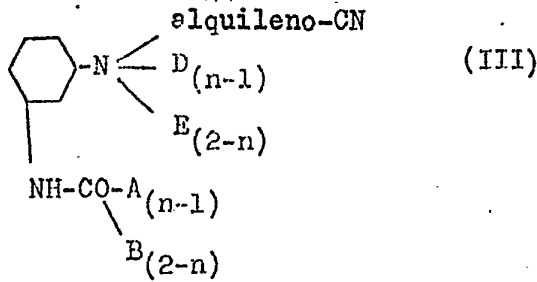
y copulación del compuesto diazoico obtenido con un compuesto de fórmula



378074



- 4 -



La diazotación y la copulación se efectúa en forma en si conocida. La copulación se efectúa por lo general en medio ácido, a temperaturas entre -10 y $+35^{\circ}\text{C}$, especialmente entre 0 y $+5^{\circ}\text{C}$. Frecuentemente es ventajoso efectuar la copulación en un medio tamponado, por ejemplo, con acetato de sodio (aproximadamente a un pH de 4).

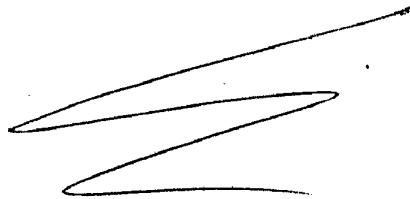
5.

Es especialmente ventajoso transformar los nuevos colorantes así obtenidos, antes de su empleo, en preparados para el teñido. La elaboración de preparados de teñido se efectúa en forma generalmente conocida, por ejemplo por molturación en presencia de agentes de dispersión y/o de carga. Con los preparados secados, en caso dado en vacío o por pulverización, se puede después de la adición de más o menos agua, teñir, impregnar y estampar en la así llamada flota larga o corta.

10.

15.

Los colorantes penetran excelentemente, en suspensión acuosa, sobre las fibras e hilos, y materiales



378074



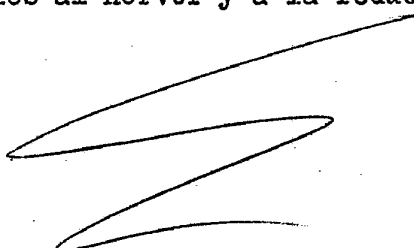
37 MAR 1971

- 5 -

téxtils preparados a partir de ellos, de sustancias orgánicas de alto peso molecular, total y semi-sintéticas, hidrófobas.

5. Son especialmente adecuados para teñir, impregnar o estampar material téxtil de poliésteres aromáticos lineales, así como 2½-acetato de celulosa, triacetato de celulosa y poliamidas sintéticas. También las poliolefinas se pueden teñir con ellos.

10. Se tiñe y estampa según procedimientos en sí conocidos. Los teñidos amarillos obtenidos poseen unas solideces generales muy buenas, siendo especialmente sólidos a la termofijación, sublimación, al plisado, a los disolventes, a los agentes suavizadores, agentes de limpieza en seco, al frote, al ozono y a los gases de humo. También son muy buenas las solideces al
15. mojado, por ejemplo, la solidez al agua, al agua de mar, al sudor y al lavado. Es de destacar, además, la reserva de lana y algodón y la solidez a la luz. Los colorantes son extraordinariamente estables contra los efectos de los más
20. distintos procedimientos de planchado permanente y apretos de "soil-release". Son además de muy buena causticidad y a temperaturas de hasta unos 220°C, y en especial de hasta 150°C, estables al hervor y a la reducción, y en un ampli-



378074



- 6 -

margen estables tanto a los ácidos como a los álcalis.

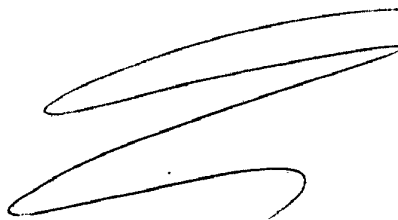
Estas estibidades no son influenciadas en forma desfavorable, ni por la proporción de flota ni por la presencia de aceleradores del teñido.

5. Las partes mencionadas en los ejemplos siguientes son partes en peso, las temperaturas se indican en grados centígrados.

Ejemplo 1

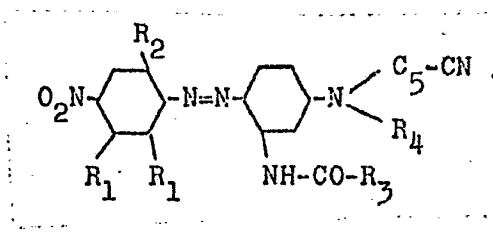
10. 173 partes de 1-amino-2-cloro-4-nitrobenzeno se introducen y agitan en 250 partes de ácido clorhídrico concentrado y 350 partes de agua de hielo y, a 0 - 5°, se disuelve con una solución de 69 partes de nitrilo de sodio en 250 partes de agua. La solución de sal diazónica se reúne con una solución de 300 partes de ácido acético glacial y 351 partes de 1-(N-cianoetil-N-acetoxietil-3-amino-3-benzoil-amino-benceno y 25 partes de urea a 0 - 5°. Mediante adición de solución de acetato de sodio hasta un pH de 4 se termina la copulación. El colorante obtenido se aspira, se lava con agua y se seca. Este tiñe las fibras de poliéster en tonalidades rojas con excelentes splideces.
- 15.
- 20.

En la tabla dada a continuación se indican ulteriores colorantes de fórmula:

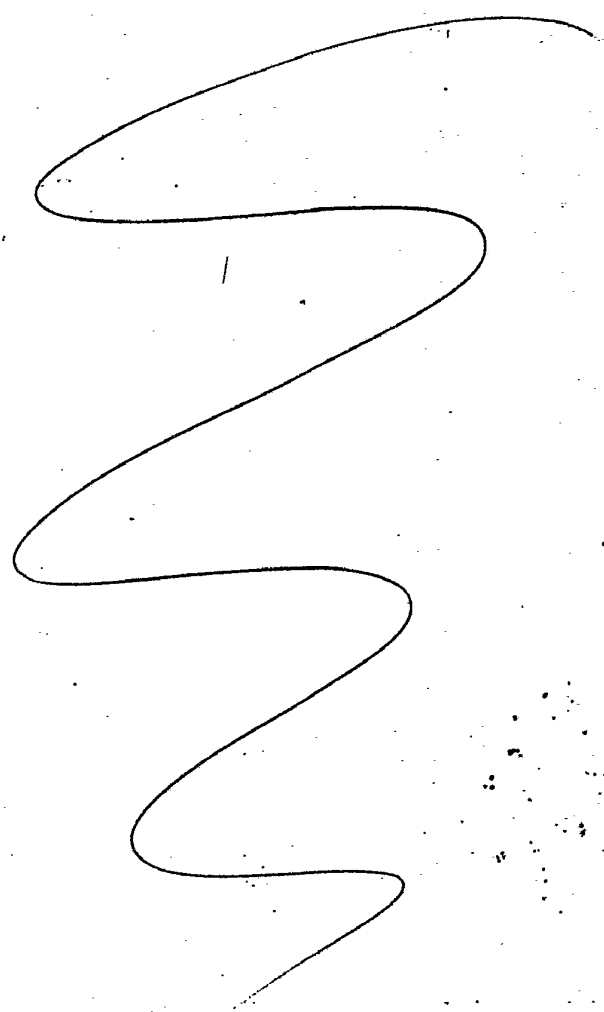


378074

- 7 -

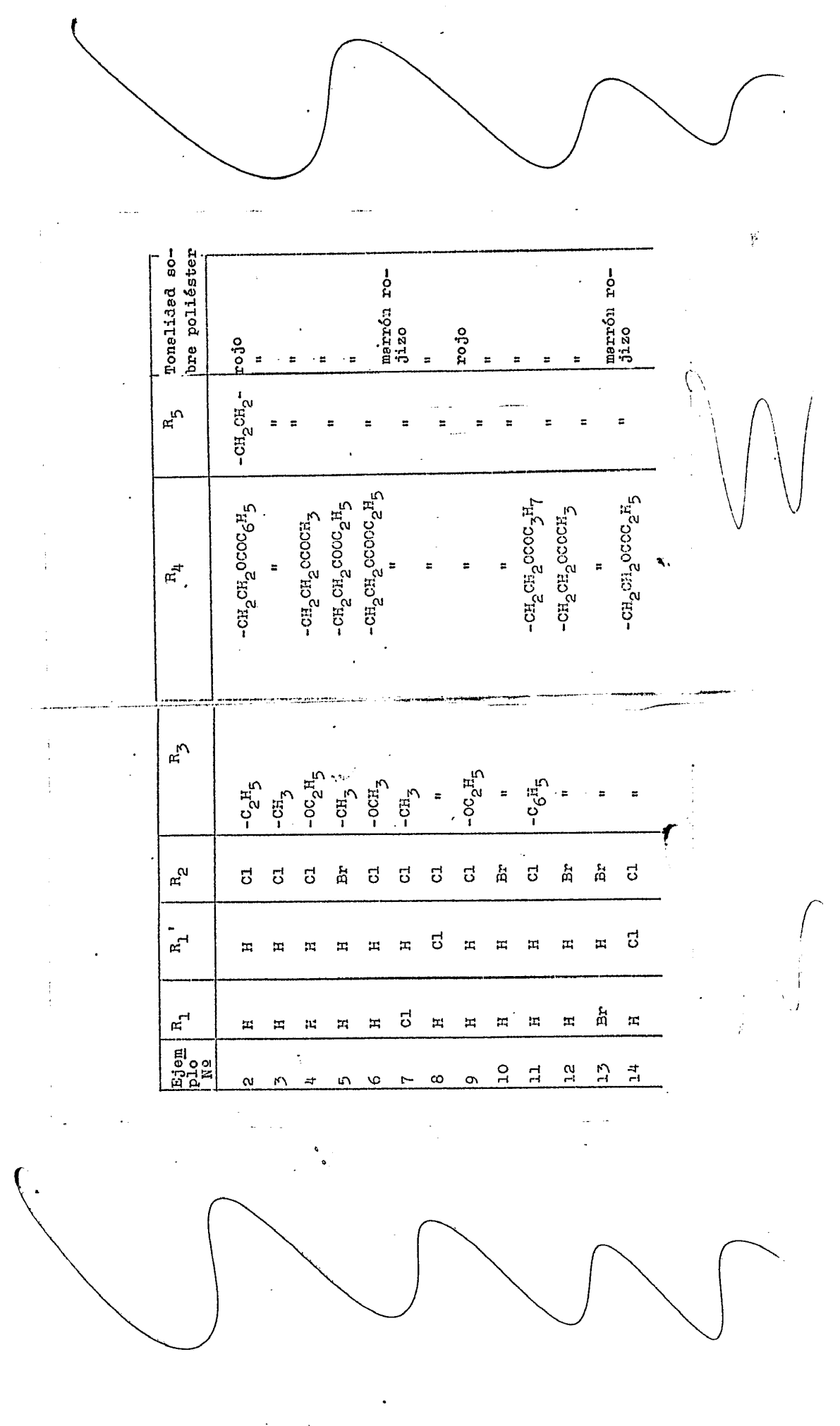


que se pueden obtener según el ejemplo 1:





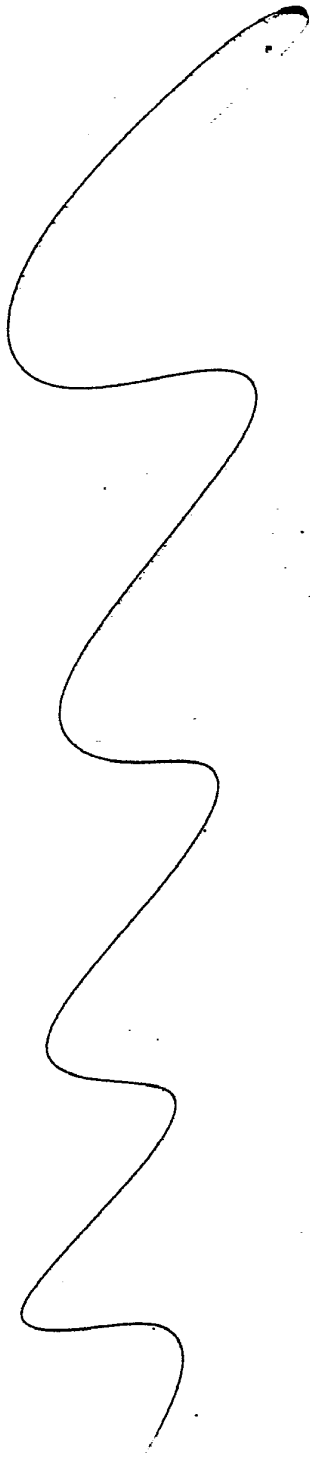
Ejem plo Nº	R ₁	R ₁ '	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	Tensilid so- bre poliéster
2	H	H	Cl	-C ₂ H ₅	-CH ₂ CH ₂ COCC ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ -	rojo
3	H	H	Cl	-CH ₃	"	"	"
4	H	H	Cl	-OC ₂ H ₅	-CH ₂ CH ₂ COCC ₆ H ₅	"	"
5	H	H	Br	-CH ₃	-CH ₂ CH ₂ COCC ₂ H ₅	"	"
6	H	H	Cl	-OCH ₃	-CH ₂ CH ₂ COCC ₂ H ₅	"	marrón ro- jizo
7	Cl	H	Cl	-CH ₃	"	"	"
8	H	Cl	Cl	"	"	"	rojo
9	H	H	Cl	-OC ₂ H ₅	"	"	"
10	H	H	Br	"	"	"	"
11	H	H	Cl	-C ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ COCC ₂ H ₇	"	"
12	H	H	Br	"	-CH ₂ CH ₂ COCC ₆ H ₅	"	"
13	Br	H	Br	"	"	"	"
14	H	Cl	Cl	"	-CH ₂ CH ₂ COCC ₂ H ₅	"	marrón ro- jizo



003

7 2076

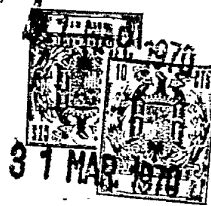
- 8 -



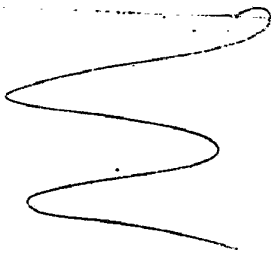
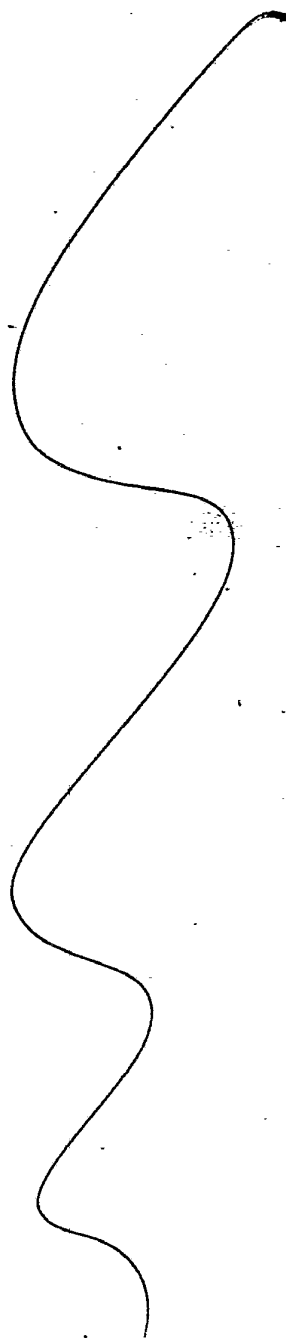
Ejem plo No	R ₁	R ₁ '	R ₂	R ₃	
2	H	H	Cl	-C ₂ H ₅	-CH ₂
3	H	H	Cl	-CH ₃	
4	H	H	Cl	-OC ₂ H ₅	-CH ₂
5	H	H	Br	-CH ₃	-CH ₂
6	H	H	Cl	-OCH ₃	-CH ₂
7	Cl	H	Cl	-CH ₃	
8	H	Cl	Cl	"	
9	H	H	Cl	-OC ₂ H ₅	
10	H	H	Br	"	
11	H	H	Cl	-C ₆ H ₅	-CH ₂
12	H	H	Br	"	-CH ₂
13	Br	H	Br	"	
14	H	Cl	Cl	"	-CH ₂

POOR
QUALITY

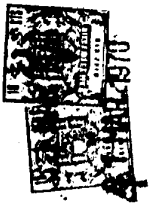
37807



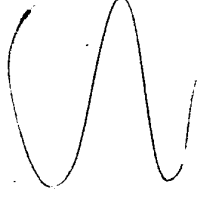
R ₄	R ₅	Tonalidad sobre poliéster
-CH ₂ CH ₂ OCOC ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ -	rojo
"	"	"
-CH ₂ CH ₂ CCOCH ₃	"	"
-CH ₂ CH ₂ COOC ₂ H ₅	"	"
-CH ₂ CH ₂ COCC ₂ H ₅	"	"
"	"	marrón ro- jizo
"	"	"
"	"	rojo
"	"	"
-CH ₂ CH ₂ CCOC ₃ H ₇	"	"
-CH ₂ CH ₂ CCOCH ₃	"	"
"	"	"
-CH ₂ CH ₂ OCOC ₂ H ₅	"	marrón ro- jizo



POOR
QUALITY



Ejem plo No	R ₁	R' ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	Tonalidad sobre poliéster rojo
15	H	H	Cl	-OC ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	-CH ₂ CH ₂ -	"
16	H	H	Cl	-C ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ COOC ₂ H ₅	"	"
17	H	H	Cl	"	-CH ₂ CH ₂ COOC ₂ H ₅	"	"
18	H	H	Br	-OC ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	"	"
19	H	Cl	Cl	-CH ₃	-CH ₂ CH ₂ COOC ₆ H ₅	"	marrón rojizo
20	H	Cl	Cl	-C ₄ H ₉	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	"	"
21	H	Cl	Cl	-OC ₄ H ₉	"	"	"
22	H	Cl	Cl	-OC ₃ H ₇	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	"	"
23	H	Cl	Cl	-CH ₃	-CH ₂ CH ₂ COOC ₂ H ₅	"	"
24	H	Cl	Cl	"	-CH ₂ CH ₂ COOC ₂ H ₅	"	"
25	H	Cl	Cl	-OCH ₃	-CH ₂ CH ₂ COOC ₂ H ₅	"	"
26	H	Cl	Cl	"	-CH ₂ CH ₂ COOC ₆ H ₅	"	"
27	H	Cl	Cl	-C ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	"	"
28	H	Cl	Cl	"	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	"	"

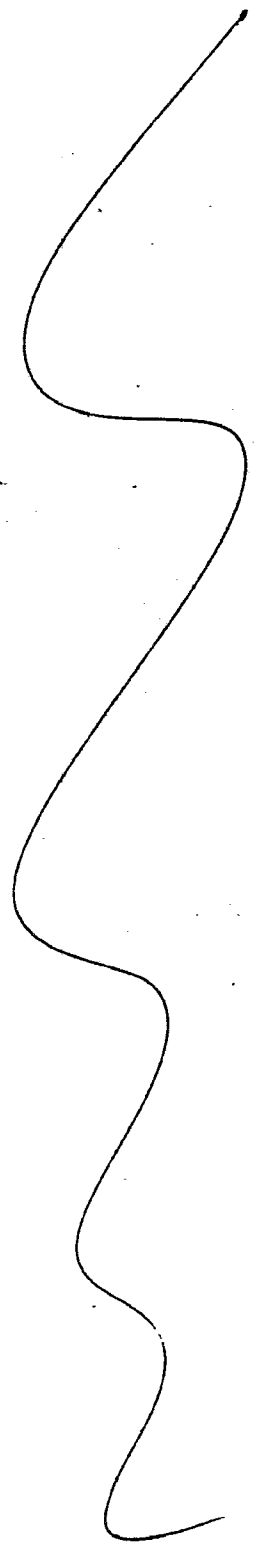


Ejem plo No	R ₁	R' ₁	R ₂	R ₃	
15	H	H	Cl	-OC ₆ H ₅	-CH
16	H	H	Cl	-C ₆ H ₅	-CH
17	H	H	Cl	"	-CH
18	H	H	Br	-OC ₆ H ₅	-CH
19	H	Cl	Cl	-CH ₃	-CH
20	H	Cl	Cl	-C ₄ H ₉	-CH
21	H	Cl	Cl	-OC ₄ H ₉	
22	H	Cl	Cl	-OC ₃ H ₇	-CH
23	H	Cl	Cl	-CH ₃	-CH
24	H	Cl	Cl	"	-CH
25	H	Cl	Cl	-OCH ₃	-CH
26	H	Cl	Cl	"	-CH
27	H	Cl	Cl	-C ₆ H ₅	-CH
28	H	Cl	Cl	"	-CH

**POOR
QUALITY**

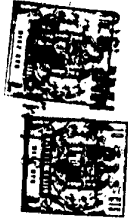


R ₄	R ₅	Tonelidos sobre poliéster
-CH ₂ CH ₂ OCOCH ₃	-CH ₂ CH ₂ -	rojo
-CH ₂ CH ₂ COOC ₂ H ₅	"	"
-CH ₂ CH ₂ CCOOC ₂ H ₅	"	"
-CH ₂ CH ₂ OCOCH ₃	"	"
-CH ₂ CH ₂ OCOC ₆ H ₅	"	marrón rojizo
-CH ₂ CH ₂ CCOOC ₂ H ₅	"	"
"	"	"
-CH ₂ CH ₂ COOC ₂ H ₅	"	"
-CH ₂ CH ₂ CCOOC ₂ H ₅	"	"
-CH ₂ CH ₂ OCOC ₂ H ₅	"	"
-CH ₂ CH ₂ CCOOC ₂ H ₅	"	"
-CH ₂ CH ₂ OCOC ₆ H ₅	"	"
-CH ₂ CH ₂ OCOCH ₃	"	"
-CH ₂ CH ₂ CCOOC ₂ H ₅	"	"



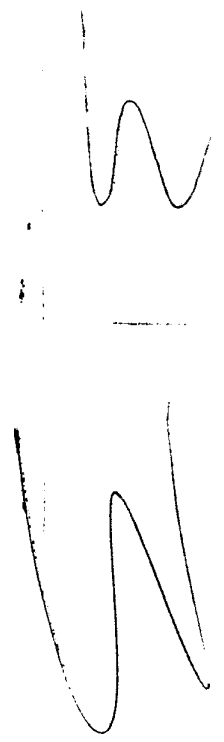
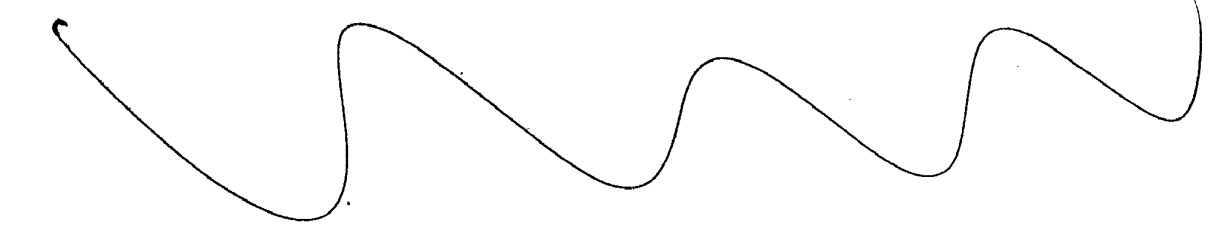
1003473

1003474



378074

Ejempl plo No	R ₁	R' ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	Tonelido sobre poliéster
29	H	Cl	Cl	-OC ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	-CH ₂ CH ₂ -	"
30	H	Cl	Cl	-C ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	"	rojo
31	H	H	Cl	-CH ₃	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	"	"
32	H	H	Cl	"	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	"	marrón rojizo
33	Cl	H	Cl	"	"	"	rojo
34	H	Cl	Cl	-CH ₃	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	"	"
35	Cl	H	Cl	"	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	"	"
36	H	H	Cl	-CH ₂ Cl	"	"	"
37	H	H	Cl	-CH ₂ Br	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	"	"
38	H	Br	Br	-CH ₂ CN	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	"	marrón rojizo
39	H	H	Br	"	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	"	rojo
40	Cl	H	Cl	-CH ₂ OCH ₃	"	"	"
41	H	H	Cl	"	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	"	"



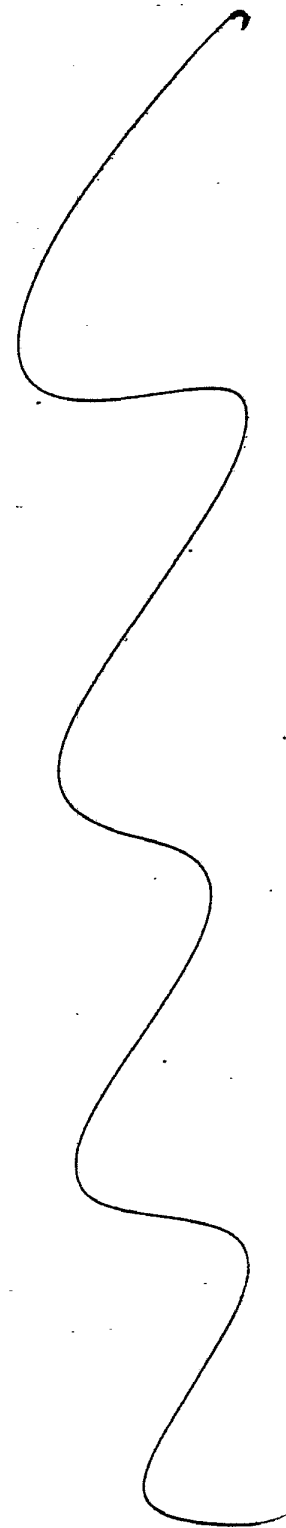
Ejem plo No	R ₁	R' ₁	R ₂	R ₃	R ₄
29	H	Cl	Cl	-OC ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ COOC
30	H	Cl	Cl	-C ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ COOCl
31	H	H	Cl	-CH ₃	-CH ₂ CH ₂ COOC
32	H	H	Cl	"	-CH ₂ CH ₂ COOC
33	Cl	H	Cl	"	"
34	H	Cl	Cl	-CH ₃	-CH ₂ CH ₂ COOC
35	Cl	H	Cl	"	-CH ₂ CH ₂ COOC
36	H	H	Cl	-CH ₂ Cl	"
37	H	H	Cl	-CH ₂ Br	-CH ₂ CH ₂ COOC
38	H	Br	Br	-CH ₂ CN	-CH ₂ CH ₂ COOC
39	H	H	Br	"	-CH ₂ CH ₂ COOC
40	Cl	H	Cl	-CH ₂ OCH ₃	"
41	H	H	Cl	"	-CH ₂ CH ₂ COOC



378074

0-

R ₃	R ₄	R ₅	Tonalidad sobre poliéster
OC ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ OCOCH ₃	-CH ₂ CH ₂ -	"
C ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ COOCH ₃	"	"
CH ₃	-CH ₂ CH ₂ COOC ₆ H ₅	"	rojo
"	-CH ₂ CH ₂ OCOOC ₆ H ₅	"	"
"	"	"	marrón
CH ₃	-CH ₂ CH ₂ OCOOC ₆ H ₅	"	rojizo
"	-CH ₂ CH ₂ COOC ₆ H ₅	"	rojo
CH ₂ Cl	"	"	"
CH ₂ Br	-CH ₂ CH ₂ OCOOC ₂ H ₅	"	"
CH ₂ CN	-CH ₂ CH ₂ COOC ₂ H ₅	"	marrón
"	-CH ₂ CH ₂ OCOOC ₂ H ₅	"	rojizo
CH ₂ OCH ₃	"	"	rojo
"	-CH ₂ CH ₂ COOC ₂ H ₅	"	"



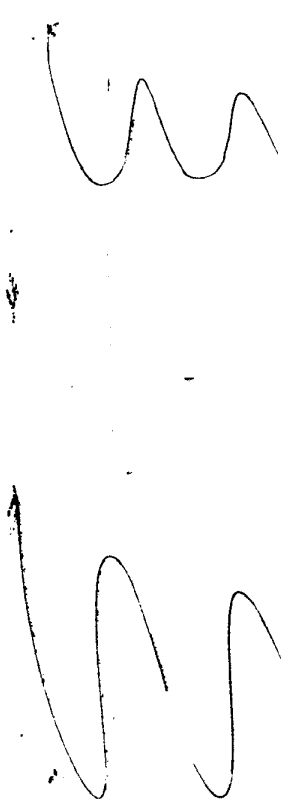
1003873



370074

370074

Ejempl plo No	R ₁	R' ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	Tonelidos sobre poliéster Herrón ro- jizo
42	H	H	Cl	-C ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ -OCOCH ₂ CH ₂ Cl	-CH ₂ CH ₂ -	"
43	H	H	Cl	-OCH ₃	"	"	"
44	H	H	Cl	-OC ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ -OCOCH ₂ CN	"	"
45	H	H	Cl	-OCH ₃	-CH ₂ CH ₂ -OCOCH ₂ OCH ₃	"	"
46	H	H	Cl	"	-CH ₂ CH ₂ -OCOCH ₂ Br	"	"
47	Br	H	Br	"	-CH ₂ -CH-OCOCH ₃ CH ₃	"	"
48	H	H	Br	-CH ₃	-CH ₂ COOC ₆ H ₅	"	"
49	H	H	Br	"	-CH ₂ CHOCOCCH ₃ CH ₃	"	"
50	H	H	Cl	-C ₆ H ₅	"	"	"
51	H	H	Cl	-CH ₃	-CH ₂ CHOCOC ₆ H ₅ CH ₃	"	"



10-3-73

90

570374

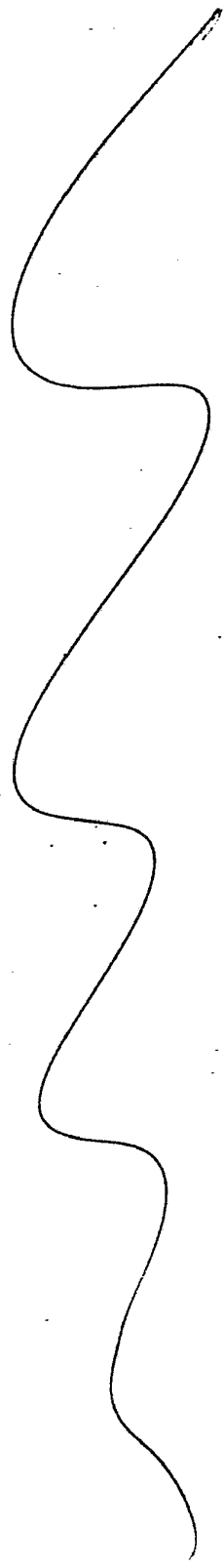
- 11 -

Ejem plo №	R ₁	R' ₁	R ₂	R ₃	
42	H	H	Cl	-C ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ -OCC
43	H	H	Cl	-OCH ₃	
44	H	H	Cl	-OC ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ -OCC
45	H	H	Cl	-OCH ₃	-CH ₂ CH ₂ -OCC
46	H	H	Cl	"	-CH ₂ CH ₂ -OCC
47	Br	H	Br	"	-CH ₂ -CH-OCC CH ₃
48	H	H	Br	-CH ₃	-CH ₂ COOC ₆ H ₅
49	H	H	Br	"	-CH ₂ CHOCOC CH ₃
50	H	H	Cl	-C ₆ H ₅	
51	H	H	Cl	-CH ₃	-CH ₂ CHOCOC CH ₃



378074

R ₃	R ₄	R ₅	Tonalidad sobre poliéster
-C ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ -OCOCH ₂ CH ₂ Cl	-CH ₂ CH ₂ -	marrón rojizo
-OCH ₃	"	"	"
-OC ₆ H ₅	-CH ₂ CH ₂ -OCOCH ₂ CN	"	"
-OCH ₃	-CH ₂ CH ₂ -OCOCH ₂ OCH ₃	"	"
"	-CH ₂ CH ₂ -OCOCH ₂ Br	"	"
"	-CH ₂ -CH-OCOCH ₃ CH ₃	"	"
-CH ₃	-CH ₂ COOC ₆ H ₅	"	"
"	-CH ₂ CHOCOC ₆ H ₅ CH ₃	"	"
-C ₆ H ₅	"	"	"
-CH ₃	-CH ₂ CHOCOC ₆ H ₅ CH ₃	"	"





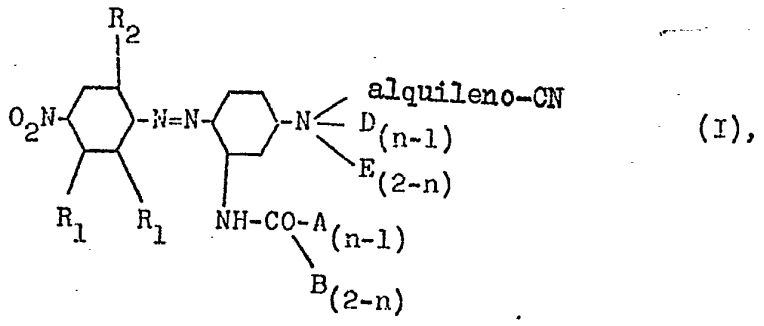
NOTA 378074

31 MAR 1970

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 con fecha y número siguientes: 2 de abril de 1969, nº 5043/69; 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 obtención de compuestos azóicos; caracterizándose por lo siguiente:

- 5.
- 10.
- 15.

1.- Procedimiento para la obtención de compuestos azóicos, de fórmula





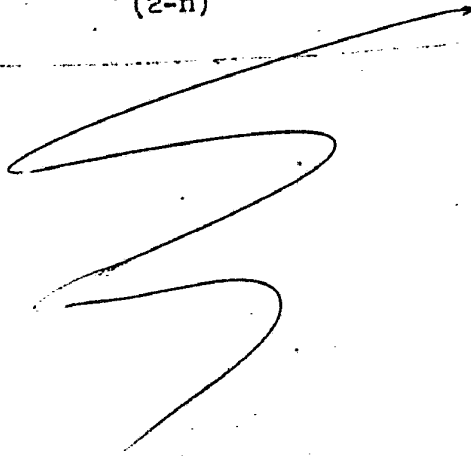
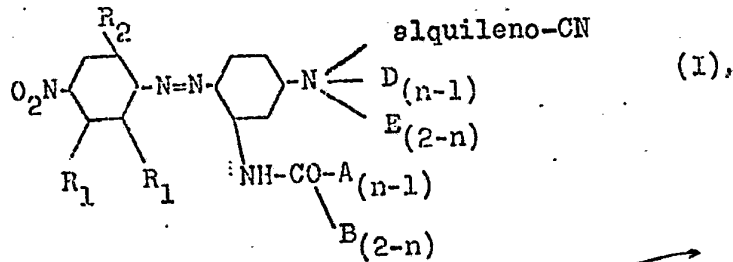
378074

en la que los dos símbolos R_1 significan hidrógeno, respectivamente una R_1 significa hidrógeno y la otra cloro y bromo, R_2 significa cloro y bromo, A se elige entre alquilo, alcoxi, fenilo y feniloxi, B se elige entre alcoxi, fenilo y feniloxi, D se elige entre alcocarboniloxialquilo, feniloxicarboniloxialquilo, benzoiloxialquilo, feniloxicarbonilalquilo y alcocarboniletilo, E significa alquilcarboniloxialquilo y todas las n significan, en forma concordante, 1-2, denominándose siempre con "alquilo", "alquilenos" y "alcoxi", restos que contienen hasta 4 átomos de carbono y pudiendo los restos alquilo de fórmula:



enlazados tanto a los átomos de carbono como a los de oxígeno, y en donde m significa 1, 2, 3, 4, estar sustituidos por cloro, bromo, ciano y alcoxi.

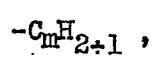
2.- Procedimiento para la obtención de compuestos azóicos, de fórmula:



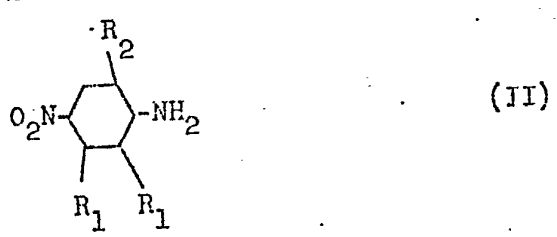


MAR 1970 378074


- en la que los dos símbolos R_1 significan hidrógeno, respectivamente una R_1 significa hidrógeno y la otra cloro y bromo, R_2 significa cloro y bromo, A se elige entre alquilo, alcoxi, fenilo y feniloxi, B se elige entre alcoxi, fenilo y feniloxi, D se elige entre alcoxycarboniloxialquilo, feniloxycarboniloxialquilo, benziloxialquilo, feniloxycarbonilalquilo y alcoxycarbonietilo, E significa alquylcarboniloxialquilo y todas las n significan, en forma concordante, 1-2, denominándose siempre con "alquilo", "alquilenos" y "alcoxi", restos que contienen hasta 4 átomos de carbono y pudiendo los restos alquilo de fórmula:



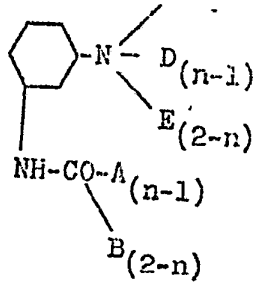
- enlazados tanto a los átomos de carbono como a los de oxígeno, y en donde m significa 1, 2, 3, 4, estar sustituidos por cloro, bromo, ciano y alcoxi, caracterizado porque una amina de fórmula:



se diazota y el compuesto diazótico obtenido se copula con un compuesto de fórmula:

378074 

alquileno-CN



(III)

3.- Procedimiento para la obtención de compuestos azóicos; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 15 hojas escritas a máquina por una sola cara.

5.

[Handwritten signature]

31 MAR 1970
 Madrid.
 SANDOZ, A.G.

I. GÓMEZ ACEBO Y MODEY
 - - - - - Firmador: F. Hernández Ruiz

[Handwritten signature]