

PATENTE DE INVENCION

Case 150-3086.

1050/HW/DM.

15 ENF



381812

Memoria Descriptiva

sobre:

| |
|-------------------|
| SECCION TECNICA |
| CLASIFICACION |
| CLASE <u>C09</u> |
| SUBCLASE <u>B</u> |

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS AZOICOS

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

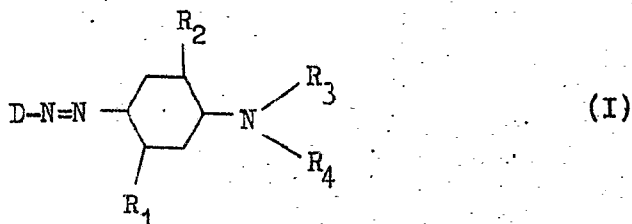
La presente invención se relaciona con com-
puestos azóicos de difícil solubilidad en agua, cuyo com-
ponente de copulación lleva un grupo amino, que contiene
un sustituyente ariloxialquilo o aralcoxialquilo, y que
5. son excelentemente adecuados como colorantes de disper-

**POOR
QUALITY**



sión, y con un procedimiento para la obtención de dichos compuestos azóicos.

Los nuevos colorantes corresponden a la fórmula:



5. en la que D es el resto de un componente diazótico de carácter aromático; R₁ se elige entre hidrógeno, halógeno y alcoxi, en caso dado sustituido, y un grupo de fórmula -NH-Y-R₅;
10. R₂ se elige entre hidrógeno, halógeno, alquilo y alcoxi, en caso dado sustituido; R₃ se elige entre ariloxialquilo, en caso dado sustituido, y aralcoxialquilo; R₄ se elige entre hidrógeno, alquilo, haloalquilo, cianoalcoxialquilo, cicloalquilo, alcanoilalquilo y arilcarbonilalquilo, en caso dado sustituido, arilcarboniloxialquilo, ariloxicarbonilalquilo, alquilaminocarboniloxialquilo y arilaminocarboniloxialquilo;
15. R₅ se elige entre alquilo y arilo en caso dado sustituido; e Y se elige entre -CO-, -COO- y -SO₂-, y estando la molécula libre de grupos ácido sulfónico.

20. Como resto D de componentes diazoicos entran en consideración especialmente los restos fenilo, pero, por ejemplo, también los restos naftilo, tiazolilo, benzotiazolilo, tienilo, quinolilo, triazolilo, pirazolilo e imidazolilo, que como sustituyentes pueden llevar, por ejemplo, átomos de halógeno, bajo lo que se debe entender aquí, preferentemente, átomos de cloro y de bromo, grupos ciano, sulfociano, nitro,
25. alquilo, alcoxi, acilo, aciloxi y acilaminó. Todos los grupos alquilo, alcoxi y alcanoililo contienen preferentemente de 1 a

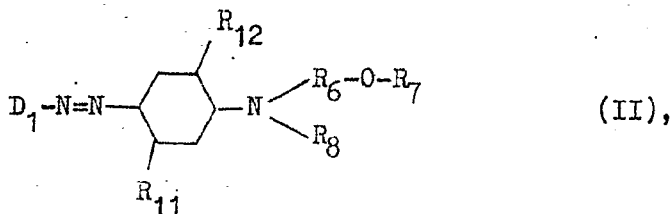


4 átomos de carbono y pueden llevar como sustituyente -siempre que éste sea el caso- por ejemplo átomos de halógeno, hidroxilo, alcoxi, ciano, sulfociano, acilo, aciloxi y acilamino.

5. Como grupos arilo se dá preferencia a los grupos fenilo, que pueden estar sustituidos, por ejemplo, como arriba se ha indicado.

10. Grupos acilo preferentes corresponden tanto a la fórmula R-X- como a la fórmula R'-Z-, en la que R significa un resto hidrocarburo, que puede llevar los sustituyentes arriba indicados y/o puede contener heteroátomos, preferentemente tanto un resto alquilo como fenilo, X es un radical elegido entre -O-CO- y -SO₂-; R' se elige entre un átomo de hidrógeno y R, Z es un radical elegido entre -CO, -NR''CO- y -NR''SO₂-, y R'' se elige entre un átomo de hidrógeno y R.

15. Colorantes especialmente preferidos corresponden a la fórmula:



20. en la que: D₁ se elige entre fenilo, que en caso dado lleva sustituyentes elegidos entre cloro, bromo, nitro, ciano y metilsulfonilo, tiazolilo y benzotiazolilo; R₆ es alquileo que contiene 1 hasta 3 átomos de carbono; R₇ se elige entre fenilo y bencilo, que llevan en el núcleo en caso dado, sustituyentes elegidos entre cloro, bromo, metilo y metoxi;
25. R₈ se elige entre ciclohexilo insustituido, alquilo con 1 - 4 átomos de carbono, que en caso dado lleva sustituyentes ele-

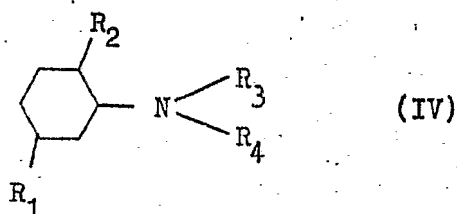


- gidos entre cloro, bromo, cianometoxi, alcanilo con hasta 4 átomos de carbono, y un grupo elegido entre las fórmulas $-CO-R_9$, $-O-CO-R_9$, $-COO-R_9$ y $-O-CO-NH-R_{10}$; R_9 es fenilo, que lleva en caso dado sustituyentes elegidos entre cloro, bromo y metilo; R_{10} se elige entre alquilo con 1 - 4 átomos de carbono y fenilo; R_{11} se elige entre hidrógeno, alquilo con 1 - 2 átomos de carbono, alcoxi con 1 - 2 átomos de carbono y un grupo de fórmula $-NH-Y-R_{15}$; R_{12} se elige entre hidrógeno y alcoxi con 1 - 2 átomos de carbono; R_{15} se elige entre alquilo con 1 hasta 3 átomos de carbono, que lleva en caso dado sustituyentes elegidos entre cloro y bromo, y fenilo que lleva en caso dado sustituyentes elegidos entre cloro, bromo y metilo; e Y se elige entre $-CO-$, $-CO-O-$ y $-SO_2$.

15. La obtención de los nuevos compuestos se logra por diazotación de una amina de fórmula:



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



20. La copulación se realiza generalmente en un medio ácido, al que se ha añadido, en caso dado, un tampón, a temperaturas entre -10° y $40^{\circ}C$, preferentemente entre 0° y $5^{\circ}C$. Como sustancia tampón se utiliza generalmente acetato sódico.

25. Los nuevos colorantes se utilizan ante todo como colorantes de dispersión. Es muy ventajoso transformar los nuevos compuestos así obtenidos, antes de su utilización, en preparados de teñido.



- La elaboración a preparados de teñido se realiza de manera conocida en general, por ejemplo, por molturación en presencia de dispersantes y/o agentes de carga. Con los preparados, secados en caso dado en vacío o por pulverización, se puede teñir, impregnar y estampar en el denominado baño o flota larga o corta, después de añadir más o menos agua.
5. Los colorantes penetran, a partir de una suspensión acuosa, excelentemente sobre textiles de materia completamente sintética o semisintética, hidrófobas, altamente moleculares, orgánicas. Son especialmente adecuados para teñir y estampar material textil de poliésteres lineales, aromáticos, especialmente poliésteres texturados, así como de 2½-acetato de celulosa, triacetato de celulosa y poliamidas sintéticas. También las poliolefinas se pueden teñir con ellos.
10. Se tiñe, impregna y estampa según procedimientos en sí conocidos, descritos por ejemplo en la Memoria de la Patente francesa nº 1.445.371.
15. Los teñidos obtenidos, de matiz amarillo hasta azul, poseen una excelente capacidad de migración y son muy sólidos, por ejemplo excelentemente sólidos a la termofijación, a la sublimación, al plisado, al gas de humo, al sobreteñido, a la limpieza en seco, al ensainado, al cloro y a la humedad, por ejemplo, sólidos al agua, al agua de mar, al lavado y al sudor. Son muy extremadamente sólidos a las influencias de los distintos procedimientos de planchado permanente.
20. La capacidad de mordiente y reserva a la lana y al algodón son buenas.
25. Muy buena es la solidez a la luz, aún en tonos claros, de manera que los nuevos colorantes son también muy adecuados como componentes de mezcla para la fabricación de tonos
- 30.



de moda de color pastel.

5. Excelente es el poder cubriente y la compensación sobre material rayado originado por distinta prefijación a temperaturas más elevadas o distintos grados de estirado en la fabricación de la fibra o desigualdades en la texturación. Los colorantes son resistentes a la ebullición a temperaturas entre 80° y 140°C. Esta resistencia no es influenciada desfavorablemente ni por la proporción del baño ni por la presencia de aceleradores de teñido.

10. Los representantes azules son apropiados, en combinación con cantidades reducidas de colorantes rojos, para la obtención de teñidos baratos, sólidos a la luz, al lavado, al sudor, al cloro, a la sublimación, al plisado y a la termofijación así como teñidos de azul marino aptos de aplicar mordiente y, en conjunto con colorantes rojos y amarillos para la obtención de sólidos teñidos negros.

15. Los colorantes fabricados de acuerdo con la invención poseen mayor solidez de sublimación frente a los colorantes de dispersión conocidos en los que el sustituyente R₃ significa un grupo alcoxiálquilo.

20. Las partes indicadas en el siguiente ejemplo son partes en peso, las temperaturas se indican en grados centígrados.

EJEMPLO 1

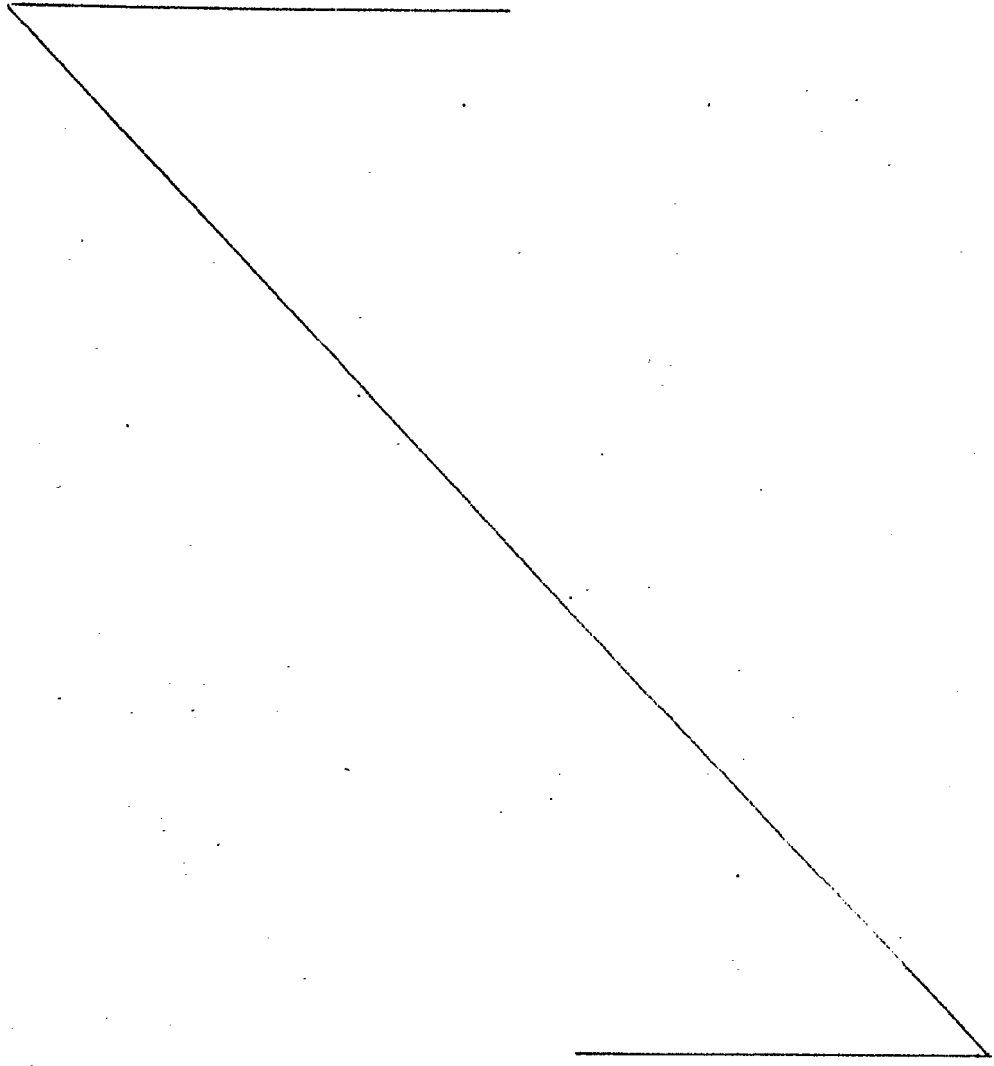
25. A temperatura ambiente se agita una mezcla de 60 partes de agua, 40 partes de ácido clorhídrico concentrado y 17,2 partes de 1-amino-2-cloro-4-nitrobenceno, se añaden 100 partes de hielo y se diazota a 0-5°, en el plazo de 2 horas, por adición de una solución de 6,9 partes de nitrito de sodio en 30 partes de agua. Se sigue agitando todavía durante 15 mi-

30.



- nutos, se añaden 5 partes de ácido aminosulfónico y se filtra. En el transcurso de 30 minutos se le añaden a la solución clara de sal diazónica, bajo agitación, 26 partes de N-etil-N-feniloxietil-aminobenceno. La copulación se termina a 0-5º en un medio ácido. Después de 12 horas se filtra el colorante obtenido, se le lava hasta estar libre de ácido y se seca. Este colorante tiñe fibras sintéticas en tonos rojos con excelentes solideces.
- 5.

- En la tabla siguiente se indican más colorantes de la fórmula (I) que se pueden obtener según la invención.
- 10.



381812

- 8 -

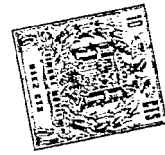
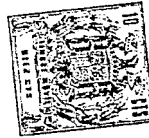
P. A. B. L. A.

381812

| Ejemplo Nº | D | R ₁ | R ₂ | R ₃ | R ₄ | Matiz sobre poliéster |
|---------------|---------------------------------|----------------------|----------------|-------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------|-----------------------------|
| 2 | 1-amino-2-cloro-4-nitro benceno | H | H | -CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -C ₆ H ₅ | -C ₂ H ₅ | rojo |
| 3 | " | H | H | -CH ₂ -CH ₂ -O-C ₆ H ₅ | -CH ₃ | " |
| 4 | " | H | H | " | -CH ₂ CH ₂ -COOC ₆ H ₅ | " |
| 5 | " | -NHCOCH ₃ | H | " | -C ₂ H ₅ | rojo-violeta |
| 6 | " | H | H | " | -CH ₂ -CH ₂ -OCOCH ₃ | rojo |
| 7 | " | H | H | -CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -C ₆ H ₅ | -CH ₂ -CH ₂ -OCO-C ₆ H ₅ | " |
| 8 | " | H | H | -CH ₂ -CH ₂ -O-C ₆ H ₅ | H | escarlata |
| 9 | " | H | H | " | ciclohexilo | rojo |
| 10 | " | H | H | " | -CH ₂ -CH ₂ -COOC ₆ H ₅ | " |
| 11 | " | H | H | " | -CH ₂ -CH ₂ -OCONHC ₂ H ₅ | " |
| 12 | " | H | H | " | -CH ₂ -CH ₂ -Cl | " |
| 13 | " | H | H | " | -CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -CN | " |
| 14 | " | H | H | " | -CH ₂ CH ₂ -OCO-NH-C ₆ H ₅ | " |
| 15 | " | H | H | " | -CH ₂ CH ₂ OCO-NHCH ₃ | " |
| 16 | 1-amino-4-nitro-benceno | H | H | -CH ₂ -CH ₂ -O-C ₆ H ₅ | -C ₂ H ₅ | naranja |
| 17 | " | H | H | -CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -C ₆ H ₅ | " | " |

T A B L A

| Ejemplo Nº | D | R ₁ | R ₂ | |
|---------------|--------------------------------|----------------------|----------------|----------------------|
| 2 | 1-amino-2-cloro-4-nitrobenceno | H | H | -CH ₂ -C |
| 3 | " | H | H | -CH ₂ -C |
| 4 | " | H | H | |
| 5 | " | -NHCOCH ₃ | H | |
| 6 | " | H | H | |
| 7 | " | H | H | -CH ₂ -C |
| 8 | " | H | H | -CH ₂ -C |
| 9 | " | H | H | |
| 10 | " | H | H | |
| 11 | " | H | H | |
| 12 | " | H | H | |
| 13 | " | H | H | |
| 14 | " | H | H | |
| 15 | " | H | H | |
| 16 | 1-amino-4-nitrobenceno | H | H | -CH ₂ -CH |
| 17 | " | H | H | -CH ₂ -CH |



38 18 12

| R_3 | R_4 | Matiz sobre poliéster |
|----------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_5$ | $-\text{C}_2\text{H}_5$ | rojo |
| $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_5$ | $-\text{CH}_3$ | " |
| " | $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{COOC}_6\text{H}_5$ | " |
| " | $-\text{C}_2\text{H}_5$ | rojo-violeta |
| " | $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OGOCH}_3$ | rojo |
| $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5$ | $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OCO}-\text{C}_6\text{H}_5$ | " |
| $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_5$ | H | escarlata |
| " | ciclohexilo | rojo |
| " | $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{COOC}_6\text{H}_5$ | " |
| " | $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OCONHC}_2\text{H}_5$ | " |
| " | $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Cl}$ | " |
| " | $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CN}$ | " |
| " | $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{OCO}-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_5$ | " |
| " | $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCO}-\text{NHCH}_3$ | " |
| $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_5$ | $-\text{C}_2\text{H}_5$ | naranja |
| $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_5$ | " | " |



381812

2. A. B. D. A (Continuación)

| Ejemplo No | D | R ₁ | R ₂ | R ₃ | R ₄ | Matiz sobre poliéster |
|------------|-----------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------|--------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|-----------------------|
| 18 | 1-amino-2-bromo-6-cian-4-nitro-benceno | -NHCOCH ₃ | H | -CH ₂ -O-C ₆ H ₅ | -C ₂ H ₅ | azul-violeta |
| 19 | " | -NHCO-C ₆ H ₅ | H | " | " | " |
| 20 | " | -NHCO-C ₂ H ₅ | H | " | " | " |
| 21 | " | -NHCOOCH ₃ | H | " | " | " |
| 22 | " | -NH-SO ₂ -CH ₃ | H | " | " | " |
| 23 | 1-amino-2-cloro-4-nitro benceno | -NHCOOCH | H | -CH ₂ -O-C ₆ H ₅ | " | rojo-violeta |
| 24 | 1-amino-2,6-dicloro-4-nitro benceno | H | H | " | " | amarillo-marrón |
| 25 | 1-amino-2-bromo-6-cloro-4-nitro benceno | H | H | " | " | " |
| 26 | 1-amino-2,6-dicloro-4-nitro benceno | H | H | -CH ₂ -O-CH ₂ -C ₆ H ₅ | " | " |
| 27 | 1-amino-2-bromo-6-cloro-4-nitro benceno | H | H | -CH ₂ -O-CH ₂ -C ₆ H ₅ | -CH ₂ -CH ₂ -OCOCH ₃ | " |
| 28 | 1-amino-2-cloro-4,6-dinitro benceno | -NHCOCH ₃ | -OC ₂ H ₅ | -CH ₂ -O-C ₆ H ₅ | -C ₂ H ₅ | azul |
| 29 | 1-amino-2-bromo-4,6-dinitro benceno | " | " | " | " | " |
| 30 | " | " | -OCH ₃ | " | " | " |
| 31 | " | -NHCO-C ₂ H ₅ | " | " | " | " |
| 32 | 1-amino-2-bromo-4,6-dinitro benceno | -NHCOCH ₃ | -OC ₂ H ₅ | -CH ₂ -O-C ₆ H ₅ | -CH ₂ CH ₂ -OCOCH ₃ | " |

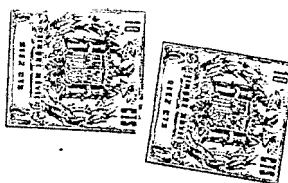
381812

381812

- 9 -

T A B L A (Continuación)

| Ejemplo Nº | D | R ₁ | R ₂ | |
|---------------|--------------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------|--------------------|
| 18 | 1-amino-2-bromo-6- cian-4-nitro-benceno | -NHCOCH ₃ | H | -CH ₂ - |
| 19 | " | -NHCO-C ₆ H ₅ | H | |
| 20 | " | -NHCOC ₂ H ₅ | H | |
| 21 | " | -NHCOOCH ₃ | H | |
| 22 | " | -NH-SO ₂ -CH ₃ | H | |
| 23 | 1-amino-2-cloro-4- nitrobenceno | -NHCOOCH | H | |
| 24 | 1-amino-2,6-dicloro- 4-nitrobenceno | H | H | -CH ₂ - |
| 25 | 1-amino-2-bromo-6- cloro-4-nitrobenceno | H | H | |
| 26 | 1-amino-2,6-dicloro- 4-nitrobenceno | H | H | -CH ₂ - |
| 27 | 1-amino-2-bromo-6- cloro-4-nitrobenceno | H | H | -CH ₂ - |
| 28 | 1-amino-2-cloro-4,6- dinitrobenceno | -NHCOCH ₃ | -OC ₂ H ₅ | |
| 29 | 1-amino-2-bromo-4,6- dinitrobenceno | " | " | -CH ₂ - |
| 30 | " | " | -OCH ₃ | |
| 31 | " | -NHCOC ₂ H ₅ | " | |
| 32 | 1-amino-2-bromo-4,6- dinitrobenceno | -NHCOCH ₃ | -OC ₂ H ₅ | -CH ₂ - |



381812

| R_3 | R_4 | Matiz sobre poliéster |
|----------------------------------------------------------|-------------------------------------------|-----------------------------|
| $-\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_5$ | $-\text{C}_2\text{H}_5$ | azul-violeta |
| | " | " |
| | " | " |
| | " | " |
| | " | rojo-violeta |
| $-\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_5$ | " | amarillo-marrón |
| | " | " |
| $-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_5$ | " | " |
| $-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_5$ | $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OCOCH}_3$ | " |
| | $-\text{C}_2\text{H}_5$ | azul |
| $-\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_5$ | " | " |
| | " | " |
| $-\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_5$ | $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{OCOCH}_3$ | " |



381812

T A B L A (Continuación)

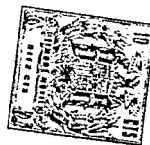
381812

| Ejemplo No | D | R ₁ | R ₂ | R ₃ | R ₄ | Matiz sobre poliéster |
|---------------|----------------------------------------|----------------------|---------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|-----------------------------|
| 33 | 1-amino-2-bromo-4,6- dinitrobenzono | -NHCOCH ₃ | -OC ₂ H ₅ | -CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -C ₆ H ₅ | -CH ₂ CH ₂ -OCOCH ₃ | azul |
| 34 | " | " | " | " | -C ₂ H ₅ | " |
| 35 | " | " | " | " | -CH | " |
| 36 | " | " | " | " | H | " |
| 37 | " | " | " | -CH ₂ -CH ₂ -O-C ₆ H ₅ | H | " |
| 38 | 2-amino-5-nitrotiazol | H | H | " | -C ₂ H ₅ | " |
| 39 | 2-amino-5-nitrotiazol | -NHCOCH ₃ | H | " | " | " |
| 40 | 2-amino-5-metilsulfo- nitrotiazol | H | H | " | " | " |
| 41 | " | -NHCOCH ₃ | H | " | " | " |
| 42 | 2-amino-6-metilsulfo- nitrotiazol | H | H | " | " | rojo-violeta |
| 43 | " | -CH ₃ | H | " | " | violeta |
| 44 | 2-amino-6-clorobenz- tiazol | H | H | " | " | rojo |
| 45 | " | -CH ₃ | H | " | " | " |
| 46 | 2-amino-5-nitrotiazol | H | H | -CH ₂ CH ₂ -O-CH ₂ C ₆ H ₅ | " | azul |
| 47 | 2-amino-5-metilsulfo- nitrotiazol | H | H | " | " | " |

381812

T A B L A (Continuación)

| Ejemplo Nº | D | R ₁ | R ₂ | R ₃ |
|---------------|----------------------------------------|----------------------|---------------------------------|----------------------------------|
| 33 | 1-amino-2-bromo-4,6-dinitrobenceno | -NHCOCH ₃ | -OC ₂ H ₅ | -CH ₂ -C |
| 34 | " | " | " | " |
| 35 | " | " | " | " |
| 36 | " | " | " | " |
| 37 | " | " | " | -CH ₂ -C |
| 38 | 2-amino-5-nitrotiazol | H | H | " |
| 39 | 2-amino-5-nitrotiazol | -NHCOCH ₃ | H | " |
| 40 | 2-amino-5-metilsulfo- niltiazol | H | H | " |
| 41 | " | -NHCOCH ₃ | H | " |
| 42 | 2-amino-6-metilsulfo- nilbenztiazol | H | H | " |
| 43 | " | -CH ₃ | H | " |
| 44 | 2-amino-6-clorobenz- tiazol | H | H | " |
| 45 | " | -CH ₃ | H | " |
| 46 | 2-amino-5-nitrotiazol | H | H | -CH ₂ CH ₃ |
| 47 | 2-amino-5-metilsulfo- niltiazol | H | H | " |




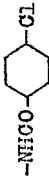
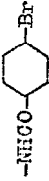


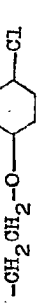
381812

| R ₃ | R ₄ | Matiz sobre poliéster |
|-------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|-----------------------|
| -CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -C ₆ H ₅ | -CH ₂ CH ₂ -OCOCH ₃ | azul |
| " | -C ₂ H ₅ | " |
| " | -CH | " |
| " | H | " |
| -CH ₂ -CH ₂ -O-C ₆ H ₅ | H | " |
| " | -C ₂ H ₅ | " |
| " | " | " |
| " | " | " |
| " | " | " |
| " | " | rojo-violeta |
| " | " | violeta |
| " | " | rojo |
| " | " | " |
| -CH ₂ CH ₂ -O-CH ₂ C ₆ H ₅ | " | azul |
| " | " | " |

381812

T. A. E. L. A (Continuación)

- 11 -

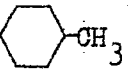
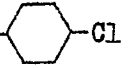
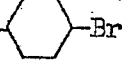
| Ejemplo Nº | D | R ₁ | R ₂ | R ₃ | R ₄ | Matiz sobre poliéster |
|---------------|-----------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------|-----------------------------|
| 48 | 2-amino-6-metil- sulfonilbenzotiazol | H | H | -CH ₂ CH ₂ -O-CH ₂ C ₆ H ₅ | -C ₂ H ₅ | rojo |
| 49 | 1-amino-2-cloro-4- nitrobenceno | -NHCOCH ₃ | H | -CH ₂ CH ₂ -O-C ₆ H ₅ | -CH ₂ CH ₂ -O-CO | CH ₃ violeta |
| 50 | 1-amino-2-cloro-4- nitrobenceno | " | H | -CH ₂ CH ₂ -O-C ₆ H ₅ | -CH ₂ CH ₂ -O-CH | " |
| 51 | " | " | H | " | -CH ₂ CH ₂ -O-CO | " |
| 52 | " | -NHCO-  | H | " | -C ₂ H ₅ | " |
| 53 | " | -NHCO-  | H | " | " | " |
| 54 | " | -NHCO-  | H | " | " | " |
| 55 | " | -NHCOCH ₃ | H | -CH ₂ CH ₂ -O-  | " | " |
| 56 | " | " | H | -CH ₂ CH ₂ -O-  | " | " |
| 57 | " | " | H | -CH ₂ CH ₂ -O-  | " | " |
| 58 | " | -NHCOCH ₂ CH ₂ Cl | H | -CH ₂ CH ₂ -C ₆ H ₅ | " | " |
| 59 | " | -OCH | H | " | " | " |

381812






381812

T A B L A (Continuación)

| Ejemplo Nº | D | R ₁ | R ₂ | R ₃ |
|---------------|-----------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|------------------|
| 48 | 2-amino-6-metil- sulfonilbenzotiazol | H | H | -CH ₂ |
| 49 | 1-amino-2-cloro-4- nitrobenzoceno | -NHCOCH ₃ | H | -CH ₂ |
| 50 | 1-amino-2-cloro-4- nitrobenzoceno | " | H | -CH ₂ |
| 51 | " | " | H | |
| 52 | " | -NHCO-  -CH ₃ | H | |
| 53 | " | -NHCO-  -Cl | H | |
| 54 | " | -NHCO-  -Br | H | |
| 55 | " | -NHCOCH ₃ | H | -CH ₂ |
| 56 | " | " | H | -CH ₂ |
| 57 | " | " | H | -CH ₂ |
| 58 | " | -NHCOCH ₂ CH ₂ Cl | H | -CH ₂ |
| 59 | " | -OCH | H | |



381812

| R ₃ | R ₄ | Matiz sobre poliéster |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------|-------------------------|
| -CH ₂ CH ₂ -O-CH ₂ C ₆ H ₅ | -C ₂ H ₅ | rubí |
| -CH ₂ CH ₂ -O-C ₆ H ₅ | -CH ₂ CH ₂ -O-CO | CH ₃ violeta |
| -CH ₂ CH ₂ -O-C ₆ H ₅ | -CH ₂ CH ₂ -O-CH | Cl " |
| " | -CH ₂ CH ₂ -O-CO | Br " |
| " | -C ₂ H ₅ | " |
| " | " | " |
| " | " | " |
| -CH ₂ CH ₂ -O-  -CH ₃ | " | " |
| -CH ₂ CH ₂ -O-  -OCH ₃ | " | " |
| -CH ₂ CH ₂ -O-  -Cl | " | " |
| -CH ₂ CH ₂ -C ₆ H ₅ | " | " |
| " | " | " |



381812

T A B L A (Continuación)

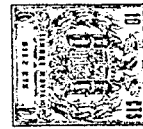
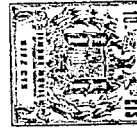
381812

| Ejemplo No | D | R ₁ | R ₂ | R ₃ | R ₄ | Matiz sobre poliéster |
|------------|----------------------------------------|-----------------------------------------|----------------|-----------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| 60 | 1-amino-2-cloro-4-nitrobenzono | -NHCOCH ₂ CH ₂ Br | H | -CH ₂ CH ₂ OC ₆ H ₅ | -C ₂ H ₅ | violeta |
| 61 | " | H | H | -CH ₂ -CH(OH)-O-C ₆ H ₅ | " | rojo |
| 62 | " | H | H | -CH-CH ₂ -O-C ₆ H ₅ | " | " |
| 63 | " | H | H | -CH ₂ CH ₂ OC ₆ H ₅ | " | " |
| 64 | " | H | H | -CH ₂ CH ₂ OC ₆ H ₅ | -CH ₂ CH ₂ CH ₃ | " |
| 65 | " | H | H | " | -CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃ | " |
| 66 | 1-amino-2-cloro-4-metilsulfonilbenzono | H | H | " | -C ₂ H ₅ | " |
| 67 | " | H | H | " | -CH ₂ CH ₂ COOC ₂ H ₅ | " |

381812

T A B L A (Continuación)

| Ejemplo Nº | D | R ₁ | R ₂ | |
|---------------|----------------------------------------|-----------------------------------------|----------------|-------------------------|
| 60 | 1-amino-2-cloro-4-nitrobenceno | -NHCOCH ₂ CH ₂ Br | H | -CH ₂ |
| 61 | " | H | H | -CH ₂ |
| 62 | " | H | H | -CH- |
| 63 | " | H | H | CH. -CH ₂ |
| 64 | " | H | H | -CH ₂ |
| 65 | " | H | H | |
| 66 | 1-amino-2-cloro-4-metilsulfonilbenzono | H | H | |
| 67 | " | H | H | |



38 18 12

| R_3 | R_4 | Matiz sobre poliéster |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|-----------------------|
| $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OC}_6\text{H}_5$ | $-\text{C}_2\text{H}_5$ | violeta |
| $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_5 \end{array}$ | " | rojo |
| $-\text{CH}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_5$ | " | " |
| $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OC}_6\text{H}_5 \end{array}$ | " | " |
| $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OC}_6\text{H}_5$ | $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ | " |
| " | $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ | " |
| " | $-\text{C}_2\text{H}_5$ | " |
| " | $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COOC}_2\text{H}_5$ | " |

EJEMPLO DE APLICACION

5. A) 7 partes del colorante obtenido según el ejemplo 1 se molturan en un molino de bolas, durante 48 horas, con 4 partes de dinaftilmetanodisulfonato sódico, 4 partes de cetilsulfato sódico y 5 partes de sulfato sódico anhidro, hasta obtener un polvo fino. 1 parte del preparado de teñido así obtenido se amasa con un poco de agua y la suspensión obtenida se añade, a través de una criba, a un baño de teñido que contiene 2 partes de laurilsulfato sódico en 4.000 partes de agua. La relación de baño es de 1:40. Ahora, se introducen en el baño 100 partes de tejido de poliéster limpiado a 40-50°, se añaden 20 partes de benceno clorado emulsionado en agua, se calienta el baño lentamente a 100° y se tiñe durante 1 - 2 horas a 95-100°. El tejido teñido de rojo se lava, se saponifica, se lava de nuevo y se seca. El teñido de color intenso e igualado posee una solidez excelente a la luz, al sobreteñido, al lavado, al agua, al agua de mar, al sudor, a la sublimación, al gas de humo, a la termofijación, al plisado y al planchado permanente.
- 10.
- 15.
20. B) 30 partes del colorante obtenido según el ejemplo 1, 40 partes de dinaftilmetanodisulfonato sódico, 50 partes de cetilsulfato sódico y 50 partes de sulfato sódico anhidro, se molturan en un molino de bolas hasta obtener un polvo fino. En 4 partes del preparado de teñido obtenido en 1.000 partes de agua caliente de 40 - 50°, se introducen 100 partes de material de fibra de poliéster purificado y se calienta lentamente. Se tiñe aproximadamente durante 60 minutos bajo presión, a 130°, y después de enjuagar, saponificar, enjuagar y secar se obtiene un teñido con las mismas propiedades
- 25.
30. de solidez como el teñido del ejemplo A.

- - 14 -
381812



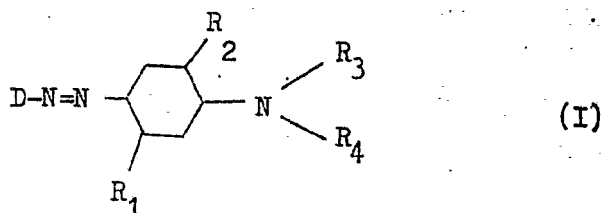
NOTA

=====

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse 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

5. Suiza con el nº 10935/69 de 17 de julio de 1969, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento 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:
- 10.

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



20. en la que D es el resto de un componente diazoico de carácter aromático; R₁ se elige entre hidrógeno, halógeno, alquilo y alcoxi, en caso dado sustituido, y un grupo de fórmula -NH-Y-R₅; R₂ se elige entre hidrógeno, halógeno, alquilo y alcoxi, en caso dado sustituido; R₃ se elige entre ariloxi-alquilo y aralcoxialquilo en caso dado sustituido; R₄ se elige entre hidrógeno, alquilo, halogenoalquilo, cianoalcoxi-alquilo, cicloalquilo, alcanoilalquilo y arilcarbonilalquilo,
- 25.

huj



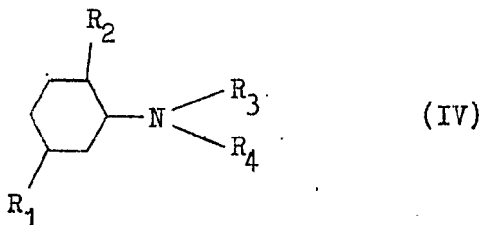
381812

5.

en caso dado sustituido, arilcarboniloxialquilo, ariloxicar-
bonilalquilo, alquilaminocarboniloxialquilo y arilaminocarbo-
niloxialquilo; R₅ se elige entre alquilo y arilo, en caso da-
do sustituido; e Y se elige entre -CO-, -COO- y -SO₂-, estan-
do la molécula exenta de grupos ácido sulfónico, caracteriza-
do porque una amina de fórmula:



se diazota y se copula con un compuesto de fórmula:



10.

2.- Procedimiento para la obtención de compuestos
azóicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la pre-
sente Memoria.

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

15.

Madrid, 15 ENE. 1973
SANDOZ A.G.

J. GOMEZ ACEBO Y MUÑOZ
F. F. Firmados L. Gesta Fernández
[Signature]

[Handwritten mark]