

386101

PATENTE DE INVENCIÓN

Case 150-3118.

1050/HW/HE.

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>C.09</u>
SUBCLASE <u>b</u>

Memoria Descriptiva

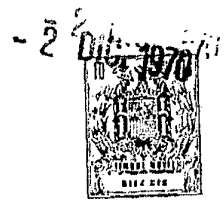
sobre:

-2



PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS DISAZOICOS.

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

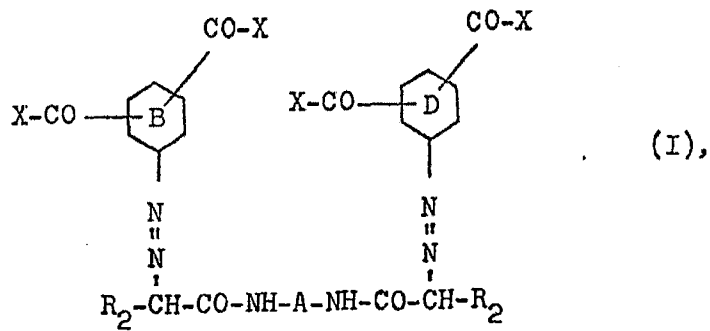


386101

El objeto de la presente invención es un procedimiento para la obtención de compuestos disazóicos cuyos componentes diazóicos benzenícos contienen los grupos tanto éster cuanto amida de ácido carbónico que están enlazados a través del puente azo con un componente ácido bisacilacético y que son excelentemente adecuados como pigmentos para teñir masas de material sintético.

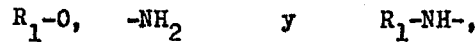
5.

Se ha descubierto que los componentes de fórmula





en la que los símbolos X significan un grupo cuya fórmula se elige de entre



- 5. donde R_1 significa restos de hidrocarburo, en caso dado sustituidos que, en caso dado, contienen heteroátomos; los símbolos R_2 se eligen de entre restos de ácido carboxílico iguales y diferentes y A significa un resto hidrocarburo, en caso dado sustituido que, en caso dado, contiene heteroátomos, pudiendo llevar los anillos B y D ulteriores sustituyentes, con excepción de los radicales carboxílicos así como sulfónicos libres, son excelentemente adecuados como colorantes de pigmento.
- 10.

Los grupos $-CO-X$ enlazados al mismo núcleo significan tanto ambos una agrupación éster cuanto ambos una agrupación amida.

- 15. Como restos hidrocarburo, en caso dado sustituidos que, en caso dado, contienen heteroátomos entran en consideración, entre otros: Los restos de alquilo y cicloalquilo, especialmente aquellos que contienen 1 a 6 átomos de carbono y que pueden estar sustituidos, por ejemplo, por átomos de halógeno, grupos hidroxilo, alcoxi, fenilo, fenoxi, ciano, acilo, aciloxi y acilamino, restos de fenilo, tiazolilo, tienilo y piridilo, que pueden llevar los sustituyentes arriba mencionados, por ejemplo, además grupos nitro y alquilo. Estos sustituyentes
- 20.
- 25.

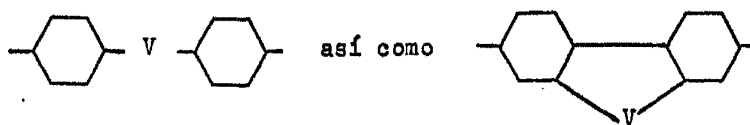
386101



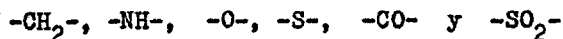
pueden, a su vez, estar ulteriormente sustituidos.

5. Por restos de ácido carboxílico R_2 se entienden, entre otros, los restos alquilcarbonilo con 1,2,3,y 4 átomos de carbono en el resto alquilo, que pueden llevar átomos de halógeno, grupos hidroxilo,alcoxi, fenilo y fenoxi como sustituyentes, y los restos benzóílicos, en los cuales el resto fenilo, además de los sustituyentes arriba mencionados puede llevar por ejemplo, además grupos nitro y alquilo.

10. Como grupos A bivalentes, en caso dado sustituidos que, en caso dado, contienen heteroátomos, entran en consideración, por ejemplo, los restos alquileno y cicloalquileno que, preferentemente contienen hasta 8 átomos de carbono y que pueden estar sustituidos por los restos alquilo arriba mencionados, los restos fenileno, especialmente los restos 1,4-
15. fenileno, 2,6- ó 1,5-naftileno, 4,4'-difenileno y los restos de fórmula



en las que V significa un grupo cuya fórmula se elige de entre



20. Los anillos B y D en la fórmula (I) pueden llevar, además de los dos grupos éster así como amida de ácido carboxílico, por ejemplo, átomos de halógeno, grupos metilo, halogenometilo, alcoxi, ciano y nitro, como sustituyentes.



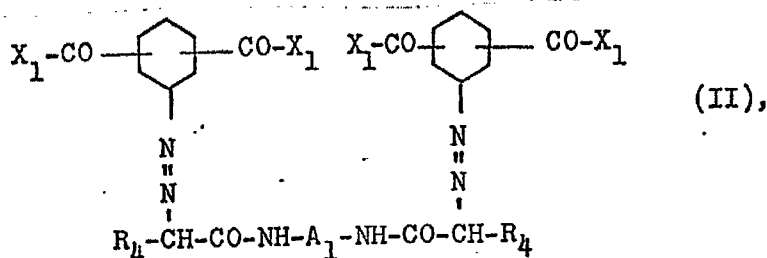
Grupos acilo preferentes corresponden a la fórmula R-Y- así como R'-Z-, donde R significa un resto hidrocarburo, que puede llevar los sustituyentes arriba mencionados que, en caso dado, contienen heteroátomos, preferentemente un resto alquilo y fenilo, que puede llevar los sustituyentes arriba mencionados, y significa un radical -O-CO- así como -SO₂-, donde R' significa tanto un átomo de hidrógeno cuanto R, Z significa un radical elegido de entre -CO-, -NR"CO- y -NR"SO₂- y R" significa tanto un átomo de hidrógeno cuanto R.

5.

10.

Por "halógeno", se entiende fluor, cloro y bromo.

Compuestos preferentes de fórmula (I) corresponden a la fórmula



en la que los símbolos X₁ significa un grupo de fórmula elegida entre: R₃-O-, -NH₂ y R₃-NH-, R₃ significa alquilo con 1 ó 3 átomos de carbono, fenilo sin sustituir y fenilo que lleva cloro, bromo, metilo, metoxi y etoxi como sustituyentes y ciclohexilo, R₄ significa acetilo y benzoilo y A₁ significa fenilo sin sustituir y fenilo que lleva como sustituyentes fluor, cloro, bromo, metilo, metoxi, etoxi, trifluormetilo y ciano,

15.

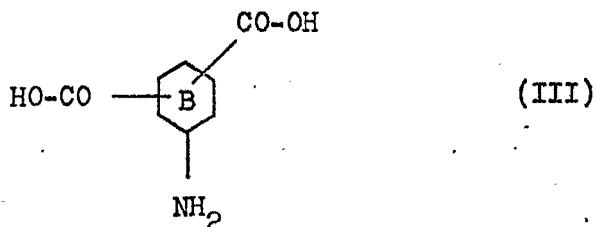
20.



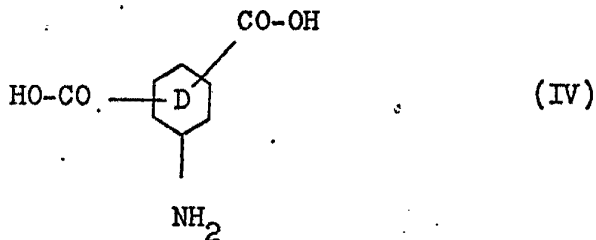
cloro, bromo, metilo y metoxi así como naftilo, y los grupos -CO-X₁ están enlazados en la posición meta así como para entre sí a los núcleos bencénicos correspondientes.

La preparación de los compuestos de fórmula (I) se efectua mediante diazotación de un mol de una amina de fórmula

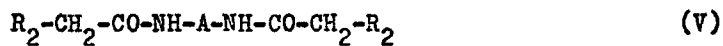
5.



y un mol de una amina de fórmula



10. copulación de los compuestos diazónicos obtenidos con 1 mol de un compuesto de fórmula



secado del ácido tetracarboxílico formado, transformación con un agente de halogenización en el haluro tetracarboxílico y condensación con 4 moles de un compuesto de fórmula

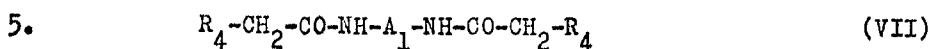
15.



386101



La preparación de los compuestos de fórmula (II) se efectua en forma análoga mediante diazotación de 2 moles de ácido aminoisoftálico y, en caso dado, ácido aminotereftálico, copulación con 1 mol de un compuesto de fórmula



secado de éste compuesto, transformación del ácido tetracarboxílico formado en el haluro tetracarboxílico y condensación de éste compuesto por 4 moles de un compuesto de fórmula



10. Una componente de copulación especialmente preferente es el 1,4-bis-(acetoacetilamino)-benceno.

La copulación se efectua por lo general a temperaturas entre -5° y $+20^{\circ}C$, especialmente entre 0° y $+5^{\circ}C$ en medio debilmente ácido.

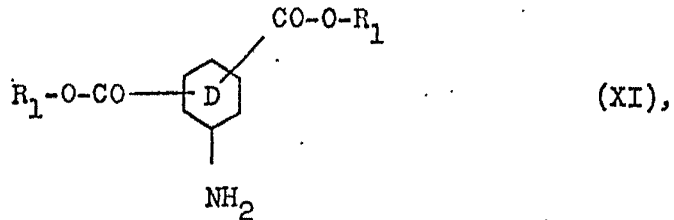
15. Para las ulteriores operaciones se deben de secar bien los compuestos de ácido disazo-tetracarboxílicos así preparados debido a la sensibilidad de los agentes de halogenación y los haluros de ácido.

20. Como agente de halogenación entran preferentemente en consideración los cloruros y bromuros de fósforo y el cloruro de tionilo. La halogenación se efectua en un disolvente indiferente, por ejemplo, benceno, tolueno, xileno (mezcla),

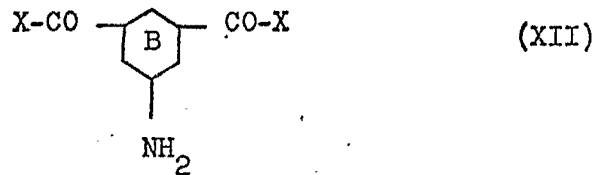
386101



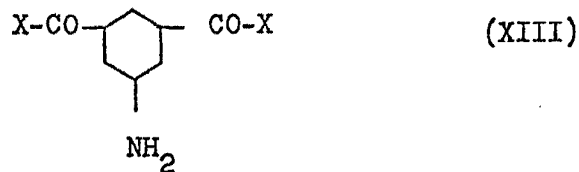
y un mol de una amina de fórmula



así como por diazotación de 1 mol de una amina de fórmula



5. y un mol de una amina de fórmula



y copulación de los compuestos diazónicos obtenidos con 1 mol de un compuesto de fórmula (V).

También la copulación de los compuestos de fórmulas (X) a (XIII) se efectúa como arriba se ha indicado.

10.

Los compuestos disazónicos así obtenidos, especialmente después de acondicionarlos en la forma usual para los colorantes de pigmento, son adecuados, por ejemplo, para teñir masas de material sintético, entre las que se entienden masas con

15.

386 101



5. y sin disolventes de materiales sintéticos y resinas sintéticas (en pinturas de aplicación a base de aceite y agua, en lacas de distintas clases, para el teñido de hilado de viscosa y acetato de celulosa, para pigmentar polietileno, poliestireno, cloruro de polivinilo, caucho y cuero artificial). También se pueden emplear en colores de estampación para la industria gráfica para el teñido de masas de papel, para el recubrimiento de textiles y para la estampación de pigmentos.

10. Los teñidos obtenidos de tonalidad amarilla son excelentemente sólidos a la migración y a la luz, tienen una solidez entre buena y muy buena al lavado, al blanqueado por cloro, al hipoclorito, al blanqueado, al sobreteñido, al empinado, al blanqueado con peróxido, al frote, al sobrerelacado y a los disolventes y se destacan por una buena transparencia y resistencia al calor.

15. Las partes mencionadas en los ejemplos siguientes son partes en peso y los porcentajes, porcientos en peso. Las temperaturas se indican en grados centígrados.

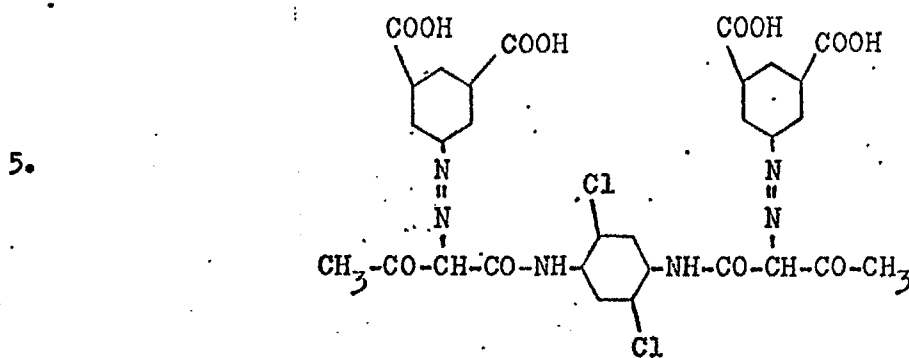
20.

386101



Ejemplo 1

14,6 partes del colorante obtenido por diazotación de ácido 5-aminoisoftálico y copulación con 1,4-bis-(acetoacetilamino)-2,5-diclorobenceno de fórmula



se agitan bien con 300 partes de clorobenceno y 3 partes de dimetilformamida y se calienta a 95 a 100°. A ésta temperatura se vierten 10,0 partes de cloruro de tionilo y se agita entonces aún durante 2 horas a 130°. La mezcla de reacción se transforma en una pasta vítrea amarilla y espesa. El final de la reacción se reconoce porque cesa el desprendimiento de cloruro de hidrógeno. Se enfría a 80°, se filtra y se lava con clorobenceno, después de ulterior enfriamiento con benceno y finalmente con éter de petróleo. El cloruro de ácido obtenido se seca en vacío a 70°.

8,03 partes de éste producto se calientan en 100 partes de clorobenceno a 100°, se mezcla con una solución de 5,64 partes de 2-metil-3-cloroanilina y 3,2 partes de piridina en

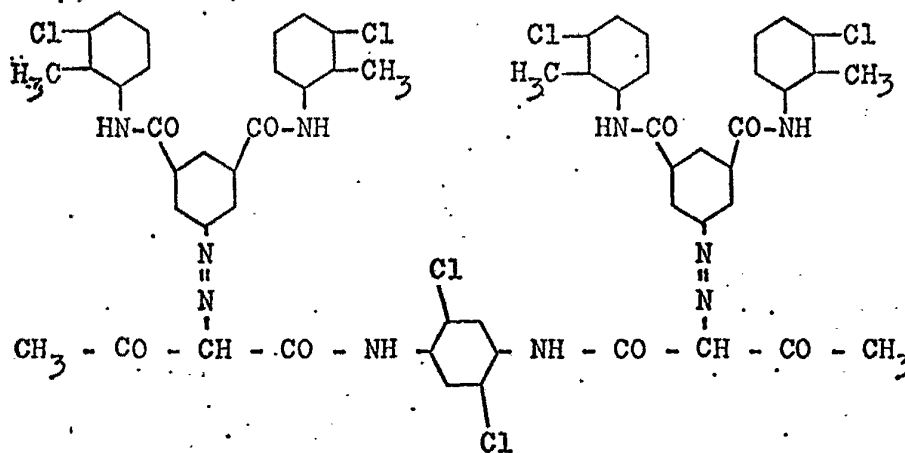
386101



1970

20 partes de clorobenceno, se calienta a 130° y se agita bien durante 10 horas. El pigmento formado se separa por filtración en caliente, se lava con clorobenceno caliente hasta que el filtrado sea incoloro, después se libera, mediante ulterior lavado con metanol, del clorobenceno adherido y se seca a 70° en vacío. Se obtiene un polvo suelto de fórmula

5.



que teñido sobre cloruro de polivinilo dá una tonalidad de color amarillo tirando a verde viva, con muy buenas propiedades de migración y solidez a la luz.

10.

Si en lugar de 5,64 partes de 2-metil-3-cloroanilina se emplean 4,32 partes de alcohol bencílico se obtiene un colorante amarillo con propiedades de solidez similares.

15.

Según la tabla 1 se pueden obtener de los compuestos diazóticos (columna I), componentes de copulación (columna II) y aminas (columna III) los ulteriores pigmentos de la tabla 1 siguiente. Las tonalidades de éstos colorantes en cloruro de polivinilo están indicadas en la columna IV.



T A B L A 1

Ejem- plo Nr.	I	II	III	IV
2	(Acido 5-amino- isofáltico	1,4-bis-(acetoacetyl- amino)-benceno	2-metoxi anilina	amarillo
3	"	"	2-metil-5- cloroanilina	"
4	"	"	2-metil-3- cloroanilina	"
5	"	1,4-bis-(acetoacetyl- amino)-2-clorobenceno	"	"
6	"	"	2-metil-5- cloroanilina	"
7	"	1,4-bis-(acetoacetyl- amino)-2,5-dicloro- benceno	anilina	"
8	"	"	2-metil-5- cloroanilina	"
9	"	1,4-bis(acetoacetyl- amino)-2,5-dimetil- benceno	2-metil-5- cloroanilina	"
10	"	"	orto-toluidina	"
11	"	1,4-bis-(acetoacetyl- amino)-2-metil-5- clorobenceno	2-metil-5- cloroanilina	"
12	"	"	2-metil-3- cloroanilina	"
13	"	1,4-bis-(acetoacetyl- amino)-2,5-dimetoxi- benceno	anilina	"
14	"	"	orto-toluidina	"



386101

Ejem- plo Nr.	I	II	III	IV
15	Acido 5-amino- isoftálico	4,4'-bis-(acetoacetil- amino)-difenilo	2-metil-3- cloroanilina	amarillo
16	"	"	orto-toluidina	"
17	"	4,4'-bis-(acetoacetil- amino)-3,3'-dicloro- difenilo	2-metil-3- cloroanilina	"
18	"	"	2-metil-5- cloroanilina	"
19	"	4,4'-bis-(acetoacetil- amino)-3,3'-dimetil- difenilo	"	"
20	"	"	2-metil-3- cloroanilina	"
21	Acido 2-amino- tereftálico	1,4-bis-(acetoacetil- amino)-benceno	"	"
22	"	"	2-metil-5- cloroanilina	"
23	"	1,4-bis-(acetoacetil- amino)-2,5-dicloro- benceno	"	"
24	"	"	2-metil-3- cloroanilina	"
25	"	4,4'-bis-(acetoacetil- amino)-difenilo	"	"
26	"	4,4'-bis-(acetoacetil- amino)-3,3'-dicloro- difenilo	"	"
27	"	4,4'-bis-(acetoacetil- amino)-3,3'-dimetil- difenilo	"	"

Ejem- plo Nr.	I	II	III	IV
28	Acido 2-amino- tereftálico	1,4-bis-(acetoacetil- amino)-2-clorobenceno	2-metil-3- cloroanilina	amarillo
29	"	1,4-bis-(acetoacetil- amino)-2-metilbenceno	"	"
30	"	1,4-bis-(acetoacetil- amino)-2-metoxibenceno	"	"
31	"	1,4-bis-(acetoacetil- amono)-2,5-dimetil- benceno	"	"
32	"	1,4-bis-(acetoacetil- amino)-2,5-dimetoxi- benceno	"	naranja
33	"	1,4-bis-(acetoacetil- amino)-benceno	amoniaco	amarillo
34	"	1,4-bis-(acetoacetil- amino)-2,5-dicloro- benceno	"	"
35	"	1,4-bis-(acetoacetil- amino)-2-clorobenceno	"	"
36	"	1,4-bis-(acetoacetil- amino)-2,5-dimetil- benceno	"	"
37	"	1,4-bis-(benzoilacetil- amino)-benceno	"	"

386101



Ejemplo 38

5. 10,74 partes de diamida de ácido 5-aminoisoftálico se disuelven en caliente en 300 partes de ácido acético glacial. Después de enfriar a 20° se agregan 20 partes de ácido clorhídrico concentrado y 200 partes de agua.

10. La suspensión de la sal amínica se diazota en la forma usual con 60 partes de solución 1-N de nitrito sódico. La solución diazótica amarilla, clara, formada, se tampona con solución al 50 % de acetato sódico a un pH de 4 y a unos +5° se gotea, bajo buena agitación, una solución de 10,0 partes de 1,4-bis-(acetoacetilamino)-2,5-dimetilbenceno en 100 partes de agua, 10 partes de lejía sódica al 30 % y 10 partes de etanol.

15. Terminado el proceso de copulación se sigue agitando durante 1 hora a 80°. Después se separa por filtración el precipitado formado, se lava libre de sal con agua caliente y se seca en vacío a 70°.

20. Se obtiene así un pigmento amarillo tirando a rojo que en cloruro de polivinilo que contiene reblandecedor da unos teñidos sólidos a la migración y al calor de muy buena solidez a la luz.

25. Los teñidos resultan más puros, más fuertes y más brillantes, si el pigmento en bruto se trata bajo calor con un disolvente, por ejemplo, dimetilformamida.

386101



Ejemplo 39

5. Según el ejemplo 38 se diazotan 10,74 partes de diamida de ácido 5-aminoisoftálico y a la solución diazónica tamponada a pH de 4 se gotea, bajo buena agitación, una solución de 10,9 partes de 1,4-bis-(acetoacetilamino)-2,5-diclorobenceno, disuelto en 100 partes de agua, 10 partes de lejía sódica al 30 % y 10 partes de etanol. Se continua como en el ejemplo 38 y se obtiene un pigmento amarillo tirando a verde, que posee excelentes propiedades colorantes.

10. Ejemplo 40

15. 6,62 partes de di-(fenilamida)-de ácido 5-aminoisoftálico se disuelven bajo calor en una mezcla de 150 partes de ácido acético glacial y 150 partes de ácido propiónico. Después de enfriar a 20° se agregan 20 partes de ácido clorhídrico concentrado y se diazota a 5° con 20 partes de solución 1-Nde NaNO₂. La solución diazónica se tampona con solución al 50 % de acetato sódico a un pH de 4, después se gotea a unos +5°, bajo buena agitación, una solución de 3,3 partes de 1,4-bis-(acetoacetilamino)-2,5-dimetilbenceno, disuelto en 100 partes de agua, 10 partes de etanol y 10 partes de lejía sódica al 30 %.

20. Terminado el proceso de copulación se agita aún durante 1 hora a 80°. Después se separa el precipitado por filtración

386101



se lava libre de sal con agua caliente y se seca en vacío a 70°.

5. Se obtiene un pigmento amarillo, tirando a rojo, que en cloruro de polivinilo que contiene reblandecedor produce teñidos sólidos a la migración y al calor, de muy buena solidez a la luz.

10. En la siguiente tabla 2 se indican componentes diazóicos (columna I) y componentes de copulación (columna II) de ulteriores colorantes que se pueden obtener según los ejemplo 38 - 40 de arriba.

386101-2



T A B L A 2

Ejem- plo Nr.	I	II	IV
41	Diamida de ácido 5-aminoisoftálico	1,4-bis-(acetoacetilamino)- benceno	amarillo
42	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-clorobenceno	"
43	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-cloro-5-metilbenceno	"
44	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-metilbenceno	"
45	"	1,4-bis-(acetoacetilamino) - 2,5-dimetoxibenceno	naranja
46	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-metoxibenceno	amarillo
47	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- difenilo	"
48	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- 3,3'-diclorodifenilo	"
49	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- 3,3'-dimetoxidifenilo	"
50	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- 3,3'-dimetildifenilo	"
51	di-(fenilamida) de ácido 5-aminoiso- ftálico	1,4-bis-(acetoacetilamino)- benceno	"
52	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-clorobenceno	"

386101



Ejemplo 53

5. 8,4 partes de 5-aminoisoftalato de dimetilo se disuelven bajo calor en 300 partes de agua y 20 partes de ácido clorhídrico concentrado. Se deja enfriar a 20°, se filtra hasta estar claro y se diazota a 5° con 40 partes de solución 1-N de nitrito sódico. Después se ajusta la solución diazónica con solución al 50 % de acetato sódico a pH 4 y se gotea lentamente a una solución enfriada a unos +5° de 7,6 partes de 1,4-bis-(acetoacetilamino)-2,5-diclorobenceno, disuelto en 10. 100 partes de agua, 20 partes de etanol y 10 partes de lejía sódica al 30 %.

Terminado el proceso de copulación se agita durante 1 hora a 80°, el precipitado se separa por filtración, se lava libre de sal y se seca a 70° en vacío.

15. Se obtiene un pigmento amarillo, suelto, con muy solidez a la migración, al calor, al sobrelacado y a la luz.

Ejemplo 54

20. 8,4 partes de 2-aminotereftalato de dimetilo se agita en 200 partes de agua y 10 partes de ácido clorhídrico concentrado durante 2 horas a temperatura ambiente. Después se vierte la solución sobre 200 partes de hielo y se diazota con 40 partes de solución 1-N de nitrito sódico. La solución diazónica clara se tampona con solución al 50 % de acetato sódico a un

386 101

- 2



pH de 4.

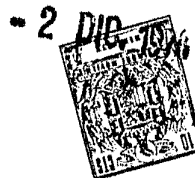
5. A la solución diazónica se agrega lentamente una solución enfriada a unos $+5^{\circ}$ de 7,15 partes de 1,4-bis-(acetilamino)-2-cloro-5-metilbenceno, disueltas en 100 partes de agua, 20 partes de etanol y 10 partes de lejía sódica al 30 %.

10. Terminado el proceso de copulación se agita aún durante 1 hora a 80° , se separa por filtración y el residuo se lava libre de sal con agua caliente. Después de secar a 70° en vacío se obtiene un pigmento amarillo suelto con muy buena solidez a la migración, al sobrelacado, al calor y a la luz.

15. Según las instrucciones del ejemplo 53 ó 54 se pueden reunir los componentes diazónicos (columna I) y los componentes de copulación (columna II) mencionadas en la siguiente tabla 3 a ulteriores colorantes con la tonalidad indicada bajo IV.

386101

T A B L A 3



Ejemplo Nr.	I	II	IV
55	2-aminoisofталato de dimetilo	1,4-bis-(acetoacetilamino)- benceno	amarillo
56	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,5-dimetilbenceno	"
57	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,5-dimetoxibenceno	naranja
58	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-metil-5-clorobenceno	amarillo
59	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-metilbenceno	"
60	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-clorobenceno	"
61	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-metoxibenceno	"
62	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-metoxi-5-clorobenceno	"
63	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,3,5,6-tetraclorobenceno	"
64	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,5-dimetil-3,6-diclorobenceno	"
65	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- difenilo	"
66	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- 3,3'-diclorodifenilo	"
67	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- 3,3'-dimetildifenilo	"
68	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- 3,3'-dimetoxidifenilo	"

386 101



Ejem- plo Nr.	I	II	IV
69	-2-aminoisofталato de dimetilo	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- 2,2'-dicloro-5,5'-dimetil- difenilo	amarillo
70	"	1,5-bis-(acetoacetilamino)- naftalina	"
71	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-trifluormetilbenceno	"
72	'2-aminotereftalato de dimetilo	1,4-bis-(acetoacetilamino)- benceno	"
73	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-clorobenceno	"
74	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,5-diclorobenceno	"
75	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-metilbenceno	"
76	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,5-dimetoxibenceno	naranja
77	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-metoxibenceno	amarillo
78	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- difenilo	"
79	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- 3,3'-diclorodifenilo	"
80	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- 3,3'-dimetoxidifenilo	"
81	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- 3,3'-dimetildifenilo	"

386101



Ejem- plo Nr.	I	II	IV
82	2-metoxicarbonil- 5-fenoxicarbonil- anilina	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-metil-5-clorobenceno	amarillo
83	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,5-dimetil-3,6-dicloro- benceno	"
84	"	1,3-bis-(acetoacetilamino)- 6-bromobenceno	"
85	"	1,3-bis-(acetoacetilamino)- 6-clorobenceno	"
86	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-trifluormetilbenceno	"
87	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- difenilo	"
88	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- 3,3'-diclorodifenilo	"
89	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- 3,3'-dimetildifenilo	"
90	"	4,4'-bis-(acetoacetilamino)- 3,3'-dimetoxidifenilo	"
91	"	1,5-bis-(acetoacetilamino)- naftalina	"
92	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- benceno	"
93	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-clorobenceno	"
94	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,5-diclorobenceno	"

386101



Ejem- plo Nr.	I	II	IV
95	2-metoxicarbonil- 5-fenoxicarbonil- analina	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-metilbenceno	amarillo
96	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,5-dimetilbenceno	"
97	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-metoxibenceno	"
98	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,5-dimetoxibenceno	naranja
99	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-metoxi-5-clorobenceno	amarillo
100	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-cian-benceno	"
101	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-metoxi-5-clorobenceno	"
102	2-aminotereftalato de dimetilo	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,5-dimetilbenceno	"
103	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-metil-5-metoxibenceno	"
104	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-metoxi-5-clorobenceno	"
105	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2-bromobenceno	"
106	"	1,4-bis-(acetoacetilbenceno)- 2-trifluormetilbenceno	"
107	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,5-dietoxibenceno	naranja
108	"	1,4-bis-(acetoacetilbenceno)- 2,3,5,6-tetraclorobenceno	amarillo

386101-2



Ejemplo Nr.	I	II	IV
109	2-aminotereftalato de dimetilo	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,3,5,6-tetrametilbenceno	amarillo
110	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,5-dimetil-3,6-dicloro- benceno	"
111	"	2,7-bis-(acetoacetilamino)- naftalina	"
112	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,6-diclorobenceno	"
113	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,6-dimetilbenceno	"
114	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- naftalina	"
115	"	1,5-bis-(acetoacetilamino)- naftalina	"
116	"	2,6-bis-(acetoacetilamino)- naftalina	"
117	4-aminotereftalato de dimetilo	1,4-bis-(acetoacetilamino)- benceno	"
118	"	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,5-diclorobenceno	"
119	5-aminotereftalato de dimetilo	1,4-bis-(acetoacetilamino)- benceno	"
120	5-aminotereftalato de di-n-propilo	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,5-diclorobenceno	"
121	5-aminotereftalato de di-(metilamida)	1,4-bis-(acetoacetilamino)- benceno	"

386101



Ejem- plo Nr.	I	II	IV
122	5-aminoisofталато di-(etil-amida)	1,4-bis-(acetoacetilamino)- benceno	amarillo
123	5-aminoisofталато di-(n-propil-amida)	"	"
124	5-aminoisofталато di-(ciclohexil-amida)	"	"
125	5-aminoisofталато de di-ciclohexilo	"	"
126	5-aminoisofталато di-(2'-metoxi- fenilamida)	"	"
127	5-aminoisofталато di-(2'-etoxi- fenilamida)	"	"
128	5-aminoisofталато di-(2'-metil-3'- bromofenilamida)	"	"
129	2-aminotereftalato de dimetilo	1,4-bis-(acetoacetilamino)- 2,5-difluorbenceno	"
130	"	1,4-bis-(benzoilacetilamino)- benceno	"

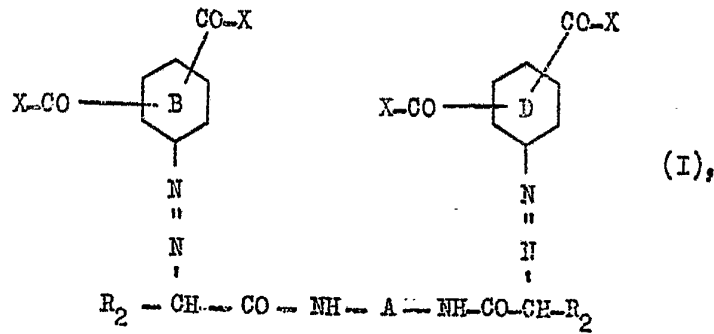


NOTA

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

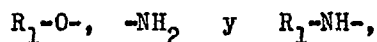
- 5. modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a tres solicitud de Patentes presentadas en Suiza con los Nos. 18000/69 de 3 de diciembre de 1969; 18072/69 de 4 de diciembre de 1969; y 1557/70 de 4 de febrero de 1970; acogiéndose 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 OBTENCION DE COMPUESTOS DISAZOICOS; caracterizándose por lo siguiente:

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

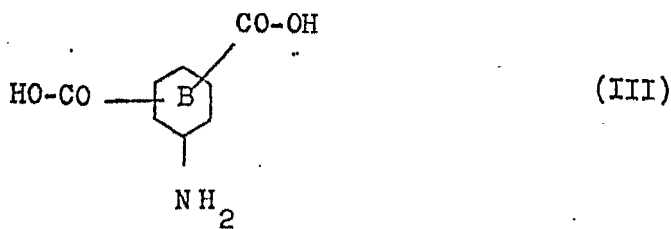


386101

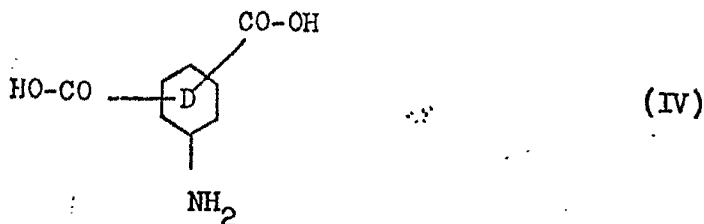
en la que los símbolos X significa un grupo cuya fórmula se elige de entre:



5. donde R_1 significa restos de hidrocarburo, en caso dado sustituidos que puede contener heteroátomos; los símbolos R_2 se eligen de entre restos de ácido carboxílico iguales y diferentes y A significa un resto hidrocarburo, en caso dado sustituido que puede contener heteroátomos, pudiendo llevar los anillos B y D ulteriores sustituyentes, con excepción de radicales carboxílicos y sulfónicos libres, caracterizado porque
10. se diazota 1 mol de una amina de fórmula:



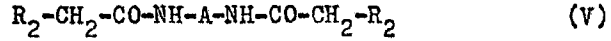
y 1 mol de una amina de fórmula





386101

y se copulan con 1 mol de un compuesto de fórmula



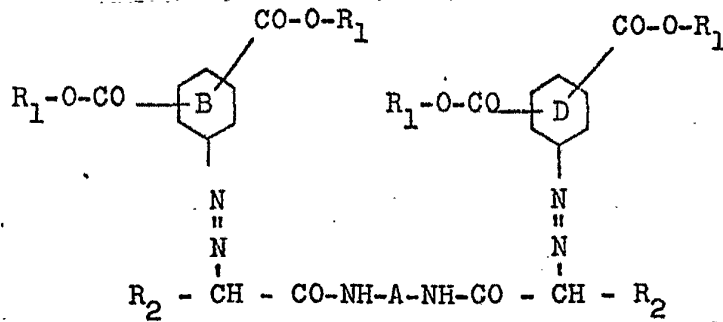
el ácido tetracarboxílico formado se seca, se transforma con un agente de halogenación en el haluro tetracarboxílico y éste se condensa con un compuesto de fórmula

5.

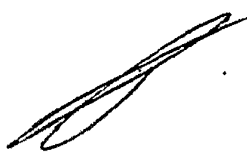
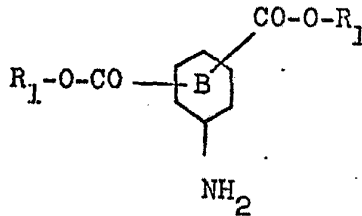


2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque, para la obtención de compuestos disazóicos de difícil solubilidad de fórmula:

10.



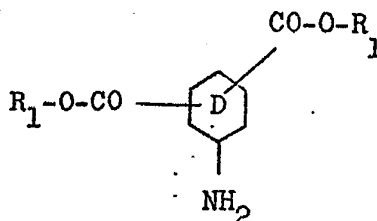
en la que los símbolos R_1 , R_2 , A, B y D tienen el significado anteriormente indicado, se diazota 1 mol de una amina de fórmula:



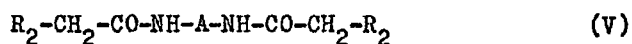
386101



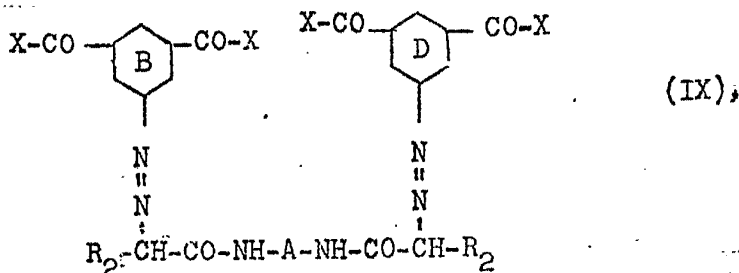
y 1 mol de una amina de fórmula



y se copulan con 1 mol de un compuesto de fórmula

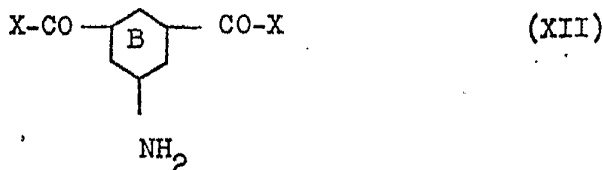


5. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque, para la obtención de compuestos disazóicos de difícil solubilidad de fórmula:



en la que X, R₂, A, B y D tienen el significado anteriormente indicado, se diazota 1 mol de una amina de fórmula

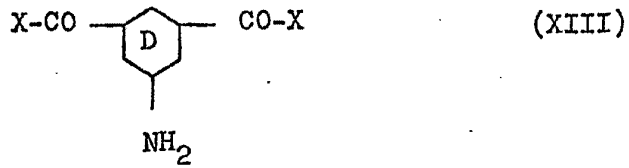
10.



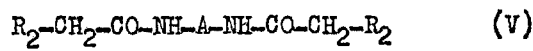


- 2 DIC 1970

y 1 mol de una amina de fórmula



y se copulan con 1 mol de un compuesto de fórmula



5. 4. Procedimiento para la obtención de compuestos disazoicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 31 hojas escritas a máquina por una sola cara.

10.

Madrid,

2 DIC. 1970

SANDOZ A.G.

I. GÓMEZ ACEDO Y MODEY

Firmado: F. Hernández Rols

