



E1 NOV 5 1974

401400

P.-50.550

File 6718 - Spain

MEMORIA DESCRIPTIVA

Int. Cl.:	C09B

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de CROMPTON & KNOWLES CORPORATION

entidad norteamericana

con domicilio en 93 Grand Street, Worcester, Massa
chusetts, Estados Unidos de Amérii
ca.

por: "METODO DE FABRICACION DE UN TINTE DISAZOICO
SOLUBLE EN AGUA". (Clase Internacional C09b).

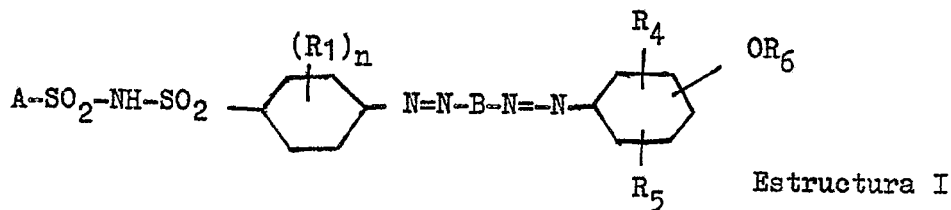
31.7.74

401400



Esta invención se refiere a nuevos y valiosos tintes de disazo solubles en agua de color comprendido entre amarillo y escarlata para fibras naturales y sintéticas de poliamida que tienen la estructura:

5



10

en la cual (y a lo largo de toda la memoria descriptiva):

n es 1 ó 2;

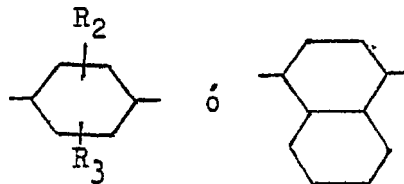
A representa un radical alcohilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, o un radical aromático tal como fenilo, tolilo, naftilo, o halofenilo;

15

R₁ representa H, halógeno, -O-alcohilo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, o alcohilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono;

20

B representa



25



401400

R₂ representa H, alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, ó -O-alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono;

5 R₃ representa H, alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono ó -O-alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono;

10 R₄ representa H, alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, -O-alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, -Br, -F ó -Cl;

15 R₅ representa H, alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, ó -O-alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono; y

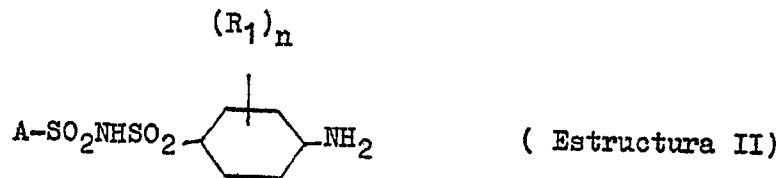
R₆ representa -CH₃ ó -CH₂-CH₃.

20 El grupo de disulfimida que confiere solubilidad en agua al compuesto puede estar localizado en posiciones orto, meta o para con respecto al primer grupo azo, y el grupo -OR₆ puede estar localizado en posiciones orto o para con respecto al segundo grupo azo.

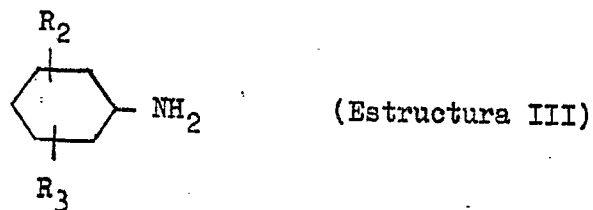
25 Los compuestos de esta invención se pueden preparar por el método siguiente, que constituye otro aspecto de esta invención y que implica diazotar una amino-fenil-disulfimida que tiene la estructura genérica:



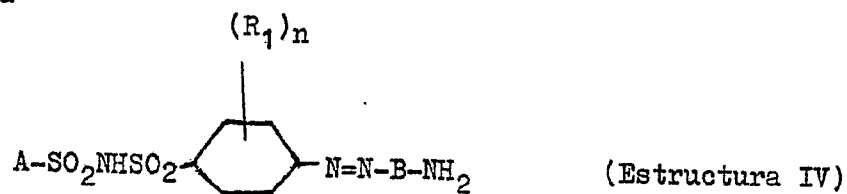
401400



copular la sal de diazonio con una amina aromática que tiene la estructura genérica:



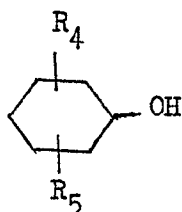
o con 1-naftilamina; diazotar de nuevo el producto intermedio aminomonoazoico así producido y que tiene la estructura



y copular la sal de diazonio con un fenol que tiene la estructura genérica:



401400



(Estructura V)

5

El compuesto de disazo así formado se alcohola después por tratamiento con un haluro de alcoholo o sulfato de dialcoholo para convertir el grupo hidroxilo en un grupo alcohol y producir así el compuesto de la Estructura I deseado.

10

Aminofenildisulfimidas de la Estructura II

adecuadas incluyen, por ejemplo:

3-amino-5-cloro-6-metilfenil-fenil-disulfimida, 3-aminofenil-metil-disulfimida,

15

3-aminofenil-butil-disulfimidas, 3-aminofenil-etil-disulfimida, 3-aminofenil-fenil⁹disulfimida, 3-aminofenil-propil-disulfimidas, 3-aminofenil-tolil-disulfimidas, 3-aminofenil-clorofenil-disulfimidas, 3-aminofenil-bromofenil-disulfimidas, 3-aminofenil-naftil-disulfimidas, 3-amino-4-clorofenil-tolil-disulfimidas,

20

3-amino-4-clorofenil-metil-disulfimida, 3-amino-4-clorofenil-naftil-disulfimidas, 3-amino-4-metoxifenil-tolil-disulfimidas, 3-amino-4-metil-fenil-disulfimida, 4-aminofenil-metil⁹disulfimida, 4-aminofenil-etil-disulfimida, 4-aminofenil-propil-disulfimidas, 4-aminofenil-butil-disulfimidas, 4-aminofenil-fenil-disulfimida, 4-aminofenil-tolil-disulfimidas, 4-amino-

25



401400

fenil-clorofenil-disulfimidas, 4-aminofenil-naftil-disulfimidas, 4-amino-3-clorofenil-fenil-disulfimida, 4-amino-3-clorofenil-metil-disulfimida, 4-amino-5-metil-fenil-tolil-disulfimidas, 2-aminofenil-tolil-disulfimidas, 2-aminofenil-metil-disulfimidas, 2-aminofenil-fenil-disulfimida, 3-amino-6-metoxifenil-fenil-disulfimida, etc.

La diazotación de las amidas de la Estructura II se puede llevar a cabo por métodos usuales conocidos, por ejemplo en solución acuosa utilizando ácidos minerales y nitrito sódico, añadiendo preferiblemente una solución acuosa alcalina de la amina y una cantidad equivalente de nitrito sódico a un ácido mineral diluido frío.

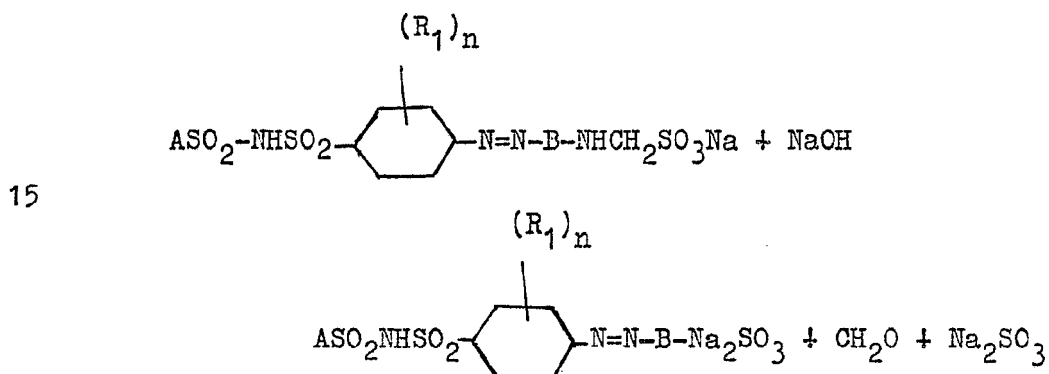
Las aminas adecuadas que tienen la Estructura III incluyen, por ejemplo, anilina, o-toluidina, m-toluidina, o-anisidina, m-anisidina, cresidina, 2,5-dimetoxianilina, o-fenetidina, m-fenetidina, 2,6-dimetilanilina, 2,3-dimetilanilina, 2,5-dimetilanilina, o-isopropilanilina, o-etilanilina, 2,6-dietilanilina, 3-amino-4-etoxitolueno, etc. La amina aromática tiene que estar insustituída en la posición para con respecto al grupo amino.

La copulación de la sal de diazonio derivada de la aminofenildisulfimida de la Estructura II con la amina aromática de la Estructura III se puede llevar a cabo por procedimientos perfectamente conocidos, por ejemplo en solución acuosa débilmente ácida.

401400



Cuando se desea aumentar su velocidad de copulación, la amina de la Estructura III se puede convertir en su derivado de ácido N-metano-sulfónico por reacción con aducto de formaldehído-bisulfito sódico ($\text{HOCH}_2\text{SO}_3\text{Na}$) antes de la copulación. Esto hace posible que la copulación se efectúe a un pH que puede ser desde débilmente ácido hasta neutro. Después de la copulación, el grupo de ácido metano-sulfónico se puede eliminar fácilmente por calentamiento con solución de hidróxido alcalino diluida para regenerar el producto intermedio deseado que tiene la Estructura IV de acuerdo con la reacción siguiente:



20 Si se desea, se puede aislar el producto de la copulación (Estructura IV).

Se puede efectuar la nueva diazotación del compuesto aminomonoazoico (Estructura IV) a una temperatura comprendida entre 0 y 50°C en solución ácida acuosa o, alternativamente, en H_2SO_4 ó H_3PO_4 concentrados con ácido

401400



nitrosilsulfúrico.

Los fenoles componentes de la copulación final adecuados que tienen la Estructura V incluyen, por ejemplo, fenol, o-cresol, m-cresol, p-cresol, 2-metoxifenol, 2-etoxifenol, 3-metoxifenol, 2-clorofenol, 6-cloro-o-cresol, 3-cloro-2-metilfenol, 2-cloro-5-metilfenol, 2-etilfenol, 2-isopropilfenol, 2,6-dietilfenol, 3,5-dimetilfenol, o-t-butilfenol, 2,6-dimetilfenol, 2,3-dimetilfenol, etc.

La copulación final se lleva a cabo preferiblemente en solución acuosa que puede ser desde neutra hasta débilmente alcalina. El producto puede, o bien aislarse por filtración y alcoholarse después, o bien la solución de copulación final se puede utilizar directamente en la reacción de alcoholación a valores alcalinos de pH.

Agentes de alcoholación adecuados incluyen, por ejemplo, cloruro de metilo, cloruro de etilo, bromuro de metilo, bromuro de etilo, yoduro de metilo, yoduro de etilo, y especialmente sulfato de dimetilo y sulfato de dietilo.

El tinte producido, de la Estructura I, cristaliza generalmente de la solución y se puede aislar de la mezcla de reacción por filtración (después de adición de sal, si es necesario). Los compuestos producidos son sólidos solubles en agua que tñen el nylon y otras fibras sintéticas de poliamida así como poliamidas naturales



tales como seda y lana en baños acuosos neutros, débilmen-
te ácidos o débilmente alcalinos en tonos deseables amari-
llos, anaranjados o escarlata que poseen una resistencia
excelente a la luz, resistencia satisfactoria a los trata-
5 mientos húmedos tales como el lavado, y resistencia exce-
lente al cambio de tono cuando se manchan con o se sumer-
gen en soluciones alcalinas.

Los tintes que tienen la Estructura I varían
considerablemente en sus propiedades de solubilidad en
10 agua y tinción, teniendo muchos de ellos combinaciones va-
riosas de estas propiedades con las ya indicadas previa-
mente. Aquellos tintes que tienen grupos A de peso molecu-
lar inferior en combinación con una sustitución mínima del
resto de la molécula, tienden generalmente a exhibir una
15 mayor solubilidad, mientras que aquéllos que poseen gru-
pos A de peso molecular mayor (especialmente los grupos
fenilo, tolilo, naftilo y halofenilo) junto con más sus-
tituyentes y de mayor peso molecular en otros puntos de
la estructura molecular poseen una solubilidad adecuada,
20 pero generalmente menor y en general se agotan más com-
pletamente cuando se emplean en baños de tinción neutros
o alcalinos sobre fibras de poliamida.

Los compuestos de la Estructura I en los que
R₂ y R₃ son H ó alcoholo inferior, tienen un matiz gene-
25 ralmente comprendido entre amarillo y amarillo rojizo;

401400



5 aquéllos en los cuales R_2 es O-alcohilo inferior, mientras que R_3 es H ó alcohilo inferior, tienen generalmente un matiz comprendido entre amarillo rojizo y anaranjado; aquéllos en los que tanto R_2 como R_3 son O-alcohilo inferior tienen en general matiz comprendido entre anaranjado rojizo y escarlata cuando se aplican como tintes sobre nylon u otras fibras de poliamida; y aquéllos en los que B es 1,4-naftileno tienen un matiz anaranjado.

10 Así pues, todavía otros aspectos de esta invención se refieren a la tinción de fibras de poliamida con compuestos de la Estructura I, y a los tintes así producidos.

15 En los ejemplos que siguen, a no ser que se indique otra cosa, las partes se expresan en peso, los porcentajes están expresados asimismo en peso, y las temperaturas se expresan en grados centígrados.

Ejemplo I

20 Se vertió una solución de 32,6 partes de 3-aminofenil-p-tolil-disulfimida como sal sódica y 7 partes de nitrito sódico en 200 partes de agua, con agitación adecuada, en una mezcla de 29 partes de ácido clorhídrico al 32% y cantidad suficiente de hielo para mantener la temperatura
25 comprendida entre 0 y 5° durante la adición. Después de

401400



agitar durante 15 minutos, se eliminó un ligero exceso de ácido nitroso por adición de ácido sulfámico. Se añadió después una solución de 15,3 partes de 2,5-dimetoxi-
-anilina en 100 partes de agua y 13 partes de ácido clor-
5 hídrico al 32%. Después de agitar durante unos cuantos minutos, se elevó lentamente el pH a 2,5 por adición gota a gota de solución de hidróxido sódico al 10%. Se continuó la agitación y, al cabo de aproximadamente 2 horas, se completó la copulación, Se elevó el pH de la copula-
10 ción a 11,5 por adición de solución de hidróxido sódico al 50%, con lo que se obtuvo una disolución completa. La adición de ácido clorhídrico al 32% hasta pH 1 dió un precipitado que se filtró y se lavó una sola vez con
agua.

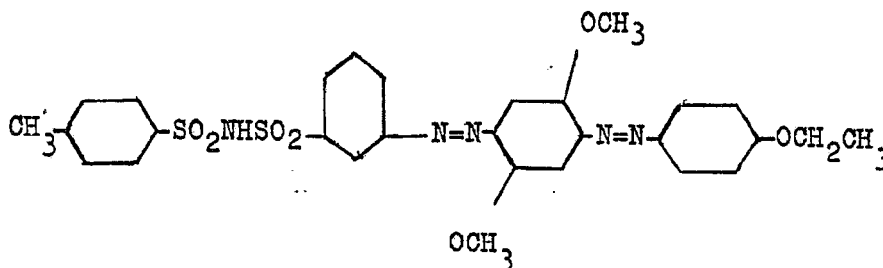
15 Se redisolvió la pasta en 400 partes de agua con 10 partes de hidróxido sódico al 50%, y se añadieron 7 partes de nitrito sódico en solución acuosa. La solución resultante se vertió en una mezcla de 35 partes de ácido clorhídrico al 32% y agua, y la mezcla se calentó a 50°
20 para llevar a cabo la diazotación. Después de agitar duran-
te 1 hora, se filtró el precipitado de sal de diazonio y se añadió a una solución de 9,4 partes de fenol, 5 partes de hidróxido sódico y 15 partes de carbonato sódico en
500 partes de agua. La copulación fue rápida. Después de
25 1 hora, se calentó la mezcla de reacción a 80°C. Se ele-

401400



vó el pH a 13 con solución de hidróxido sódico, y se man-
 tuvo en dichas condiciones 1 hora, durante cuyo tiempo
 se añadieron 100 partes de sulfato de dietilo. El produc-
 to resultante se separó por cristalización, se filtró, se
 5 lavó una sola vez con una pequeña cantidad de agua y se
 secó. Se trata de un sólido soluble en agua de color oscu-
 ro que tinte el nylon, la seda y la lana en baños débilmen-
 te ácidos, neutros, y en especial en baños alcalinos con
 tonos escarlata uniformes y brillantes que poseen una
 10 resistencia excelente a la luz y al lavado y que no cam-
 bian de tono cuando se manchan con, o se sumergen en so-
 luciones alcalinas tales como hidróxidos alcalinos di-
 luidos o amoníaco acuoso. El tinte tiene la estructura:

15



20

Ejemplo 2

A una solución de 32,6 partes de 4-aminofenil-
 25 -p-tolil-disulfimida y 4 partes de hidróxido sódico en

79
401400



400 partes de agua, se añadió una solución concentrada de 7 partes de nitrito sódico. Esta solución se vertió en 35 partes de ácido clorhídrico al 32% a una temperatura comprendida entre 20 y 30°C. Después de 30 minutos de agitación, se eliminó un ligero exceso de ácido nitroso por adición de ácido sulfámico. La papilla de sal de diazonio se enfrió a 0° por adición de hielo y se añadió una solución de 13,7 partes de cresidina en 50 partes de agua y 15 partes de ácido clorhídrico al 32%. Se ajustó el pH de la mezcla de copulación a 3,5 y se mantuvo en dichas condiciones durante 8 horas, en cuyo transcurso se completó la copulación. Se redujo luego el pH a 1 con ácido clorhídrico, y se filtró el producto. Se suspendió de nuevo la pasta en 400 partes de agua con 4 partes de hidróxido sódico a 85°, y se trató con 7 partes de nitrito sódico. La papilla gelatinosa se vertió en 35 partes de ácido clorhídrico al 32% y 100 partes de agua a 50°. Después de 2 horas de agitación, se filtró la sal de diazonio cristalina y se empastó de nuevo en 300 partes de agua. Se añadió a esta pasta una solución de 9,4 partes de fenol y 4 partes de hidróxido sódico en 50 partes de agua, y se adicionaron a la misma 5 partes de carbonato sódico a través de un tamiz.

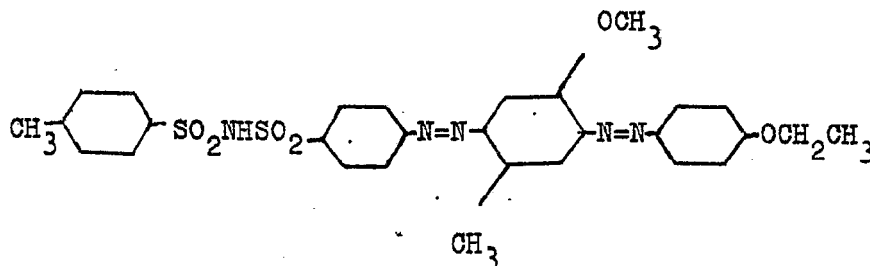
Cuando se hubo completado la copulación, se elevó el pH a 11 y se filtró la solución para separar una

401400



pequeña cantidad de materia insoluble. Se trató el filtra-
do con 20 partes de bicarbonato sódico, y se filtró el
precipitado resultante. La pasta resultante se redisolvió
en 400 partes de agua y se etiló por adición gradual, du-
rante 1 hora aproximadamente, de 100 partes de sulfato de
5 dietilo, con adición simultánea de solución de hidróxido
sódico al 50% para mantener la reacción a un pH de aproxi-
madamente 11 y a una temperatura comprendida entre 80 y 90°. Se calentó la reacción durante 30 minutos más a 80° y el
10 precipitado cristalino se filtró luego y se secó. El pro-
ducto es un sólido de color pardo que tinte el nylon, la
seda y la lana en tonos brillantes anaranjados a partir
de baños acuosos débilmente ácidos, neutros y, en especial,
a partir de baños acuosos débilmente alcalinos. Los tintes
15 exhiben una resistencia excelente a la luz y al lavado y
no cambian de tono cuando se manchan con o se sumergen en
soluciones alcalinas tales como hidróxidos alcalinos di-
luidos o amoníaco acuoso. El tinte tiene la estructura:

20



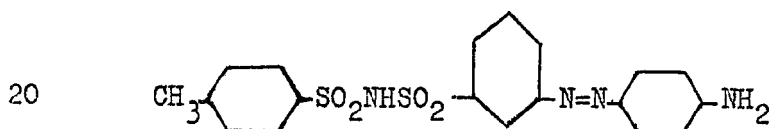
25

401400

19 MAR 1972

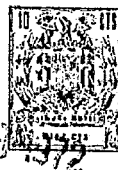
Ejemplo 3

Se añadió papilla de sal de diazonio (preparada por diazotación indirecta de 32,6 partes de 3-amino-fenil-p-tolil-disulfimida como se ha descrito en el Ejemplo 1) a 100 partes de una solución acuosa neutra que contenía 21 partes de anilinetano-sulfonato sódico (preparado por reacción de formaldehído al 37% con una cantidad equimolar de bisulfito sódico y reacción posterior del producto de condensación resultante con una cantidad equimolar de anilina de acuerdo con procedimientos perfectamente conocidos) y 15 partes de acetato sódico a una temperatura comprendida entre 5 y 10°. Al cabo de 1 hora de agitación, fue completa la copulación. Se calentó la solución a 85° y se añadió 3% (basado en el volumen de mezcla de copulación) de hidróxido sódico sólido. El calentamiento a aproximadamente 90° durante 2 horas dió como resultado la hidrólisis completa, obteniéndose un producto que tenía la estructura:

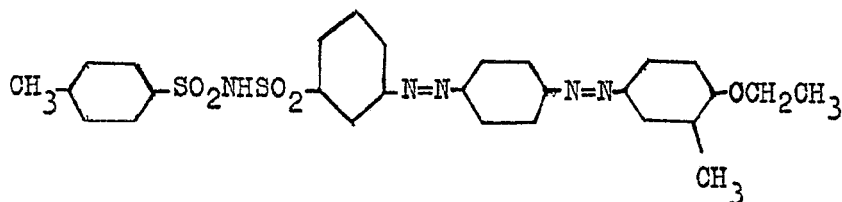


que se separó por cristalización al enfriar, y se filtró. Este compuesto amino-monoazoico (43 partes) se diazotó indirectamente de acuerdo con el procedimiento dado en el

401400



Ejemplo 2, pero a 15-20°C. El precipitado de sal de dia-
 zonio se filtró, se empastó de nuevo en 500 partes de
 agua y se copuló con o-cresol añadiendo al mismo una so-
 lución de 10,8 partes de o-cresol y 4 partes de hidróxi-
 do sódico en 25 partes de agua, y añadiendo posteriormen-
 te 5 partes de carbonato sódico. El producto precipitó
 y se separó por filtración. Se redisolvió la pasta en
 600 partes de agua a 80° y se elevó el pH hasta un valor
 superior a 11 con solución de hidróxido sódico al 50%,
 manteniéndose en dichas condiciones durante la adición,
 a una temperatura comprendida entre 80 y 83°, de 90 par-
 tes de sulfato de dietilo. Después de dejar transcurrir
 15 minutos más a 85°, se filtró el precipitado y se secó.
 Se trata de un sólido soluble en agua que tiñe el nylon,
 la seda y la lana en tonos amarillo rojizos a partir de
 baños acuosos débilmente ácidos, neutros y débilmente álcali-
 nos. Los tintes sobre nylon poseen una resistencia excelen-
 te a la luz y al lavado. Tiene la estructura siguiente:



401400



Los nuevos tintes, que tienen la Estructura I, se aislan normalmente en forma de sus sales de sodio, si bien se pueden obtener también, si se desea, en forma de sus sales de potasio o de litio, o en forma de los ácidos
5 libres. Los últimos pueden convertirse fácilmente en sus sales amónicas por tratamiento con amoníaco acuoso.

En la tabla siguiente se enumeran componentes que se utilizaron para obtener tintes adicionales que tenían la Estructura I. Estos ejemplos se llevaron a cabo
10 utilizando procedimientos análogos a los descritos en los Ejemplos 1-3. Los tintes producidos tiñen las fibras de poliamida en tonos resistentes a la luz y al lavado que tienen los matices indicados en la tabla.

Ejemplo Numero	Primer Componente	Segundo Componente	Componente Final	Agente de al- coholación utilizado	Matiz sobre Nylon
4 b	4-aminofenil-4'-tolil-disulfimida	2,5-dimetoxianilina	Fenol	Sulfato de dietilo	Escarlata
5 b	3-aminofenil-metil-disulfimida	Cresidina	Fenol	Sulfato de dietilo	Anaranjado
6 b	3-aminofenil-metil-disulfimida	2,5-dimetoxianilina	Fenol	Sulfato de dietilo	Escarlata
7 b	3-aminofenil-metil-disulfimida	1-naftilamina	Fenol	Sulfato de dietilo	Anaranjado
8 b	4-aminofenil-metil-disulfimida	cresidina	Fenol	Sulfato de dietilo	Anaranjado
9 b	4-aminofenil-metil-disulfimida	2,5-dimetoxianilina	Fenol	Sulfato de dietilo	Escarlata
10 b	4-aminofenil-metil-disulfimida	Cresidina	<u>o</u> -cresol	Sulfato de dietilo	Anaranjado
11 b	4-aminofenil-metil-disulfimida	Cresidina	<u>m</u> -cresol	Sulfato de dietilo	Anaranjado
12 b	4-aminofenil-metil-disulfimida	Cresidina	<u>p</u> -cresol	Sulfato de dietilo	Anaranjado
13 b	4-aminofenil-4'-tolil-disulfimida	2,5-dimetoxianilina	<u>o</u> -cresol	Sulfato de dietilo	Escarlata
14 b	4-aminofenil-4'-tolil-disulfimida	2,5-dimetoxianilina	3,5-dimetilfenol		
15 b1	3-aminofenil-4'-tolil-disulfimida	Anilina	Fenol	Sulfato de dietilo	Escarlata
15 b2	3-aminofenil-4'-tolil-disulfimida	Anilina	Fenol	Sulfato de dietilo	Amarillo rojizo
16 b	3-aminofenil-4'-tolil-disulfimida	Anilina	<u>o</u> -cresol	Sulfato de dietilo	Amarillo rojizo
17 b	3-aminofenil-4'-tolil-disulfimida	<u>o</u> -anisidina	Fenol	Sulfato de dietilo	Anaranjado-amarillento
18 b	3-aminofenil-4'-tolil-disulfimida	<u>o</u> -Anisidina	<u>o</u> -cresol	Sulfato de dietilo	Anaranjado-amarillento

401400



Ejemplo Número	Primer Componente	Segundo Componente	Componente Final	Agente de alcoholación utilizado	Matiz sobre Nylon
19b	3-aminofenil-4'-tolil-disulfimida	o-anisidina	m-cresol	Sulfato de dietilo	Anaranjado-amarillento
20b	3-aminofenil-4'-tolil-disulfimida	o-anisidina	p-cresol	Sulfato de dietilo	Anaranjado-amarillento
21b	3-aminofenil-metil-disulfimida	m-toluidina	Fenol	Sulfato de dietilo	Amarillo-rojizo
22b	3-aminofenil-n-propil-disulfimida	2,5-dimetoxiani- lina	Fenol	Sulfato de dietilo	Escarlata
23b	3-aminofenil-n-butil-disulfimida	2,5-dimetoxiani- lina	Fenol	Sulfato de dietilo	Escarlata
24b	3-aminofenil-etil-disulfimida	2,5-dimetoxiani- lina	Fenol	Sulfato de dietilo	Escarlata
25b	4-aminofenil-n-butil-disulfimida	2,5-dimetoxiani- lina	Fenol	Sulfato de dietilo	Escarlata
26b	4-aminofenil-etil-disulfimida	2,5-dimetoxiani- lina	Fenol	Sulfato de dietilo	Escarlata
27b	4-aminofenil-n-propil-disulfimida	2,5-dimetoxiani- lina	Fenol	Sulfato de dietilo	Escarlata
28b	4-aminofenil-fenil-disulfimida	2,5-dimetoxiani- lina	Fenol	Sulfato de dietilo	Escarlata
29b	3-aminofenil-2'-naftil-disulfimida	2,5-dimetoxiani- lina	Fenol	Sulfato de dietilo	Escarlata
30b	3-amino-4-clorofenil-2'-naftil-di- sulfimida	2,5-dimetoxiani- lina	Fenol	Sulfato de dietilo	Escarlata
31b	2-aminofenil-metil-disulfimida	2,5-dimetoxiani- lina	Fenol	Sulfato de dietilo	Escarlata
32b	2-aminofenil-metil-disulfimida	2,5-dimetoxiani- lina	2,6-dimetilfenol	Sulfato de dietilo	Escarlata
33b	2-aminofenil-metil-disulfimida	Cresidina	2,6-dimetilfenol	Sulfato de dietilo	Anaranjado
34b	2-aminofenil-metil-disulfimida	Cresidina	o-clorofenol	Sulfato de dietilo	Anaranjado

401400

10 MAYO 1972



401400

-1 AGO.



Esta solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 2 de Abril de 1971, bajo el Nº 130.850, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

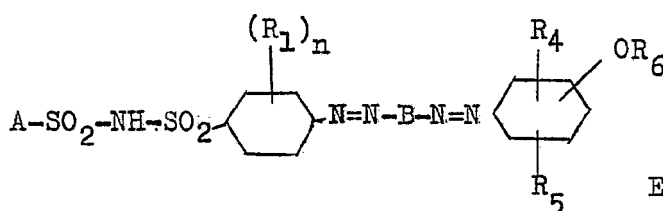
REIVINDICACIONES

10

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15

1ª.- Método de fabricación de un tinte diazoico soluble en agua que tiene la estructura:



20

Estructura I

25

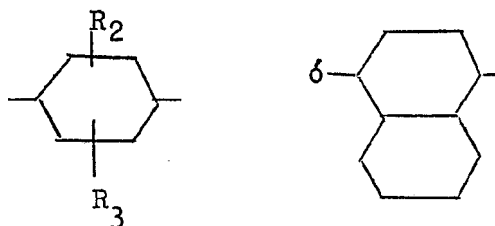
en la cual n es 1 ó 2; A representa un radical aromático o un radical alcohol que tiene de 1 a 4 átomos de carbono; R₁ representa H, halógeno, -O-alcohol inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono,

31.7.74



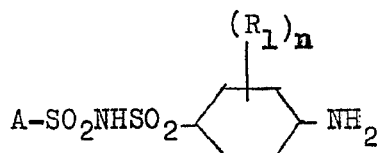
o alcoholo que tiene de 1 a 4 tomos de carbono; B representa

5



R_2 representa H, alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, δ -O-alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono; R_3 representa H, alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono δ -O-alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono; R_4 representa H, alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, -O-alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, -Br, -F, δ -Cl; R_5 representa H, alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, δ -O-alcoholo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono; y R_6 representa $-\text{CH}_3$ δ $-\text{CH}_2\text{CH}_3$, y que comprende diazotar una aminofenil-disulfimida que tiene la estructura:

20



25

ME

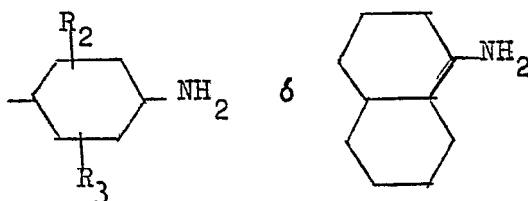
31.7.74

401400



(en la cual A; R₁ y n tienen los mismos significados que anteriormente), copular la sal de diazonio con una amina aromática que tiene la estructura:

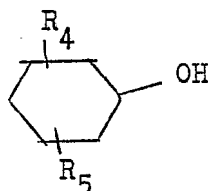
5



10

(en la cual R₂ y R₃ tienen los mismos significados que anteriormente), diazotar de nuevo el producto intermedio aminomonoazoico, y copular la sal de diazonio con un fenol que tiene la estructura:

15



(en la cual R₄ y R₅ tienen los mismos significados que anteriormente), y alcoholar el grupo hidroxilo para dar un grupo alcoxi.

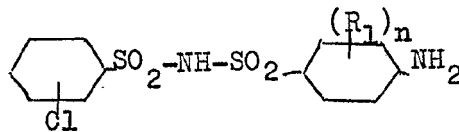
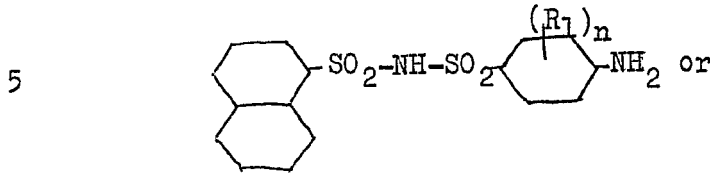
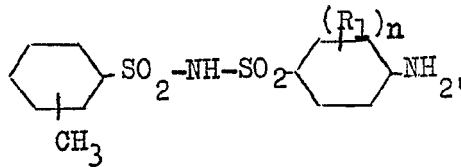
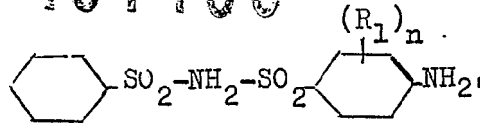
20

2ª.- Método de acuerdo con la reivindicación 1ª en la cual la aminofenil disulfimida tiene la estructura:

25 *mCe*

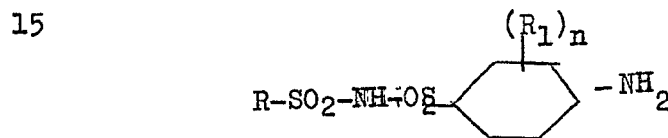
31.7.74

401400



10 (en la cual R_1 tiene el mismo significado que en la Reivindicación nº 1).

3ª.- Método de acuerdo con la reivindicación 1ª, en el cual la aminofenil disulfimida tiene la estructura:



20 en la cual R es un grupo alcoholo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono y n tiene el mismo significado que en la reivindicación 1ª.

4ª.- Método de acuerdo con la reivindicación 1ª en el cual el compuesto tiene la estructura:

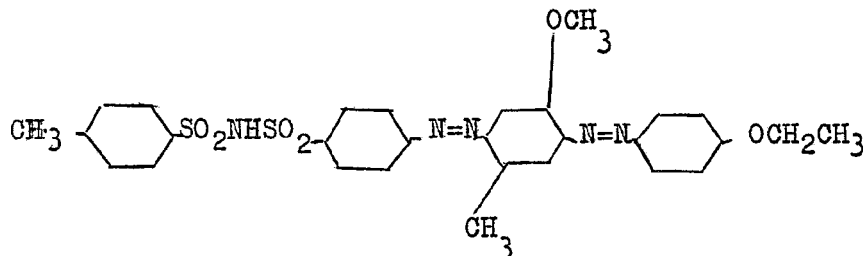
ME

25

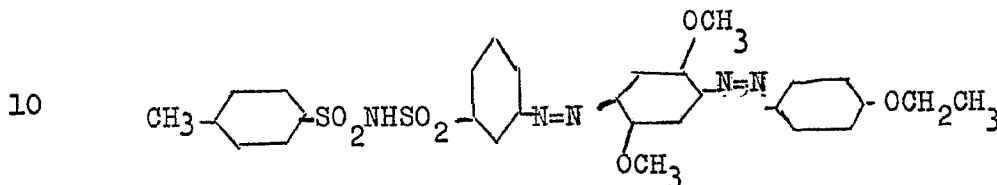
31.7.74

- 23 -

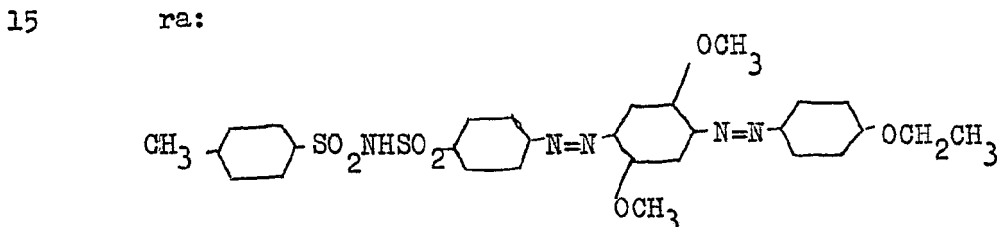
401400



5ª.- Método de acuerdo con la reivindicación 1ª en el cual el compuesto tiene la estructura:



6ª.- Método de acuerdo con la reivindicación 1ª en el cual el compuesto tiene la estructura:



7ª.- Método de fabricación de un tinte di sazoico soluble en agua.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y para los fines que se han especifi

25

ME

31.7.74

401400

EA 801



cado.

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

5

Madrid,

31.7.74

P.A.

Alberto de Lizaburu
Per Pedro

mE

31.7.74
DBF.