



Int. Cl.: C09B

P A T E N T E

D E

I N V E N C I O N

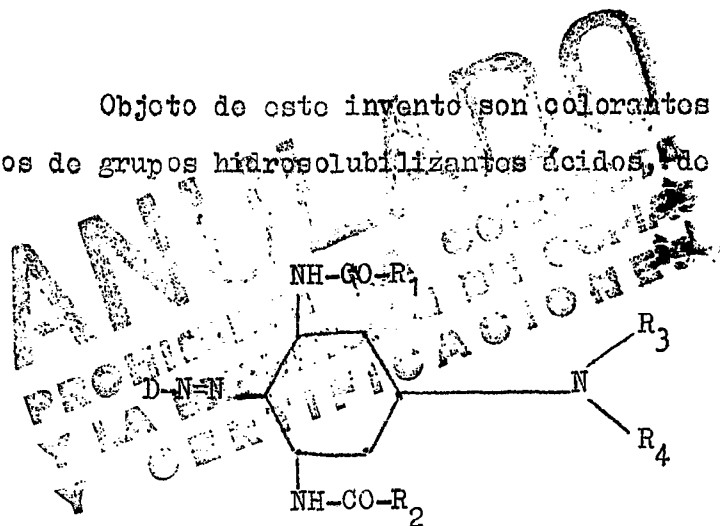
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPUESTOS AZOICOS", a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG., residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de este invento son colorantes desprovistos de grupos hidrosolubilizantes ácidos, de la fórmula

5.



10.

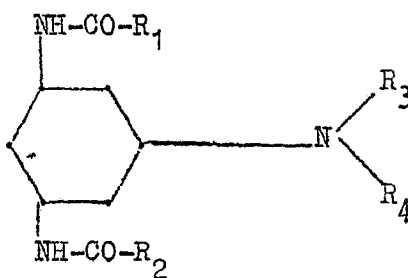


on la que

- D es el radical de un componente diazoico;
- R₁ y R₂ son radicales alquílicos;
- 5. R₃ es un átomo de hidrógeno o un radical alquílico, que puede estar interrumpido por uno o varios heteroátomos y/o llevar sustituyentes; y
- R₄ es un radical alquílico que puede estar interrumpido por un heteroátomo, a lo menos, y que está substituido por uno o varios átomos de halógeno o radicales de ciano, fenilo, alcóxilo, alcóxicarbonilo, ariloxycarbonilo, alquilaminocarbonilo, arilaminocarbonilo, morfolinilcarbonilo, aminocarbonilo, dialquilaminocarbonilo, alquilaminocarboniloxilo, arilaminocarboniloxilo, ariloxilo, arilcarbonilo, alquilcarbonilo o ftalimido.
- 10.
- 15.

Según este invento, los colorantes se obtienen copulando un compuesto diazónico de un componente diazoico con un componente de copulación de la fórmula

20.



25.

on la que

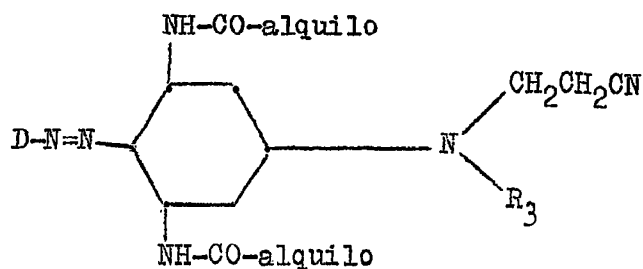
R₁, R₂, R₃ y R₄ tienen el mismo significado que se les ha atribuido antes.

Se prefirieron particularmente los colorantes de



las fórmulas

5.

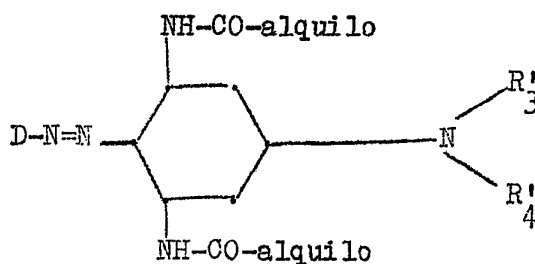


on la que

R_3 tiene el mismo significado que antes,

y

10.



15.

on la que

R'_3 y R'_4 tienen el mismo significado que R_4 y son iguales o diferentes entre sí.

20.

Los radicales alquílicos mencionados en la definición que antecede de R_1 y R_2 contienen hasta 8 átomos de carbono, pero preferentemente de 1 a 5 átomos de carbono, y pueden estar substituídos por átomos de halógeno (en particular, de cloro o de bromo), por grupos de alcoxilo (como grupos de metoxilo o butoxilo), grupos de ciano, grupos de fenilo o grupos de hidroxilo. Los radicales fenílicos que se han mencionado en la explicación están insubstituídos o bien aparecen substituídos por átomos de halógeno (como átomos de flúor, de bromo o de cloro) o grupos de metoxilo, etoxilo, nitro, trifluorometilo o alquilo (como los grupos de metilo, etilo, isopropilo o

25.



butilo).

En calidad de heteroátomos que pueden interrumpir los radicales R_3 y R_4 entran en cuenta los átomos de nitrógeno, de azufre y, sobre todo, de oxígeno. Los radicales R_3 y R_4 se derivan normalmente de grupos de alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, y los sustituyentes con preferencia no más de 10 átomos de carbono.

- El símbolo R_3 denota un radical de alquilo, que preferentemente contiene de 1 a 5 átomos de carbono, Puede estar interrumpido por uno o varios heteroátomos y/o llevar uno o varios sustituyentes. En calidad de heteroátomos entran en cuenta sobre todo los átomos de oxígeno. Sustituyentes apropiados son, por ejemplo, los átomos de halógeno (como los de cloro, bromo o yodo) y los grupos de ciano, alcoxilo inferior, fenilo, fenoxilo, alquilo inferior-carboniloxilo, alquilo inferior-carbonilamino, vinilsulfonilalquilo, arilsulfonilalquilo, alquilo inferior-aminocarboniloxilo, arilaminocarboniloxilo, alcoxilo inferior-carboniloxilo, ariloxycarboniloxilo, benzilamino, benziloxilo, morfolinocarbonilo, aminocarbonilo, mono-alquilo inferior-aminocarbonilo, di-alquilo inferior-aminocarbonilo, ariloxycarbonilo, alquilo inferior-oxycarbonilo, arilaminocarbonilo, alquilo inferior-carbonilo y arilcarbonilo.
- A título de ejemplos cabe señalar los grupos de bencilo, beta-fenetilo, beta-cloroctilo, beta, beta, beta-trifluoroctilo, beta, gamma-dicloropropilo, beta-cianoctilo, beta-etoxioctilo, delta-metoxibutilo, beta-(acetilformil- o butiril)-aminooctilo (como formiloxialquilo, beta-



- acetiloxietilo, beta,gamma-diacetoxipropilo y gamma-butiriloxipropilo), fenilsulfonietilo y beta-(p-clorobencensulfonil)-etilo, beta-metilcarbamiloxietilo, beta-butylcarbamiloxietilo y beta-p-toluilcarbamiloxietilo, beta-fenilcarbamiloxietilo, metoxicarbonilo- o butoxicarbonilo-oxi-etilo y o-, m- o p-(etoxi-, beta'-clorooctoxi-, isopropiloxi o fenoxi)-carboniloxietilo, gamma-acetamidopropilo, beta-carboxietilo, beta-cianoacetoxietilo, beta-benzoiloxietilo, beta-(p-alcoxi- o fenoxi-benzoil)-oxietilo, etilcarboniletilo, fenilcarboniletilo y dietilamidossulfonilamidoetilo.

- La expresión "inferior" después del concepto "alquilo" , "alcoxilo" o "alcanoilo" significa que el grupo o el componente orgánico del grupo presenta a lo sumo 5 átomos de carbono.

- En concepto de grupos hidrosolubilizantes que disocian acidez en agua, los cuales están excluidos de los nuevos colorantes, se entienden aquí y en lo que sigue los conocidos substituyentes que imparten a los colorantes carácter aniónico; por ejemplo, los grupos de ácido sulfónico o de ácido fosfórico.

- De preferencia, D representa un radical fenílico, eventualmente substituído por átomos de halógeno o grupos de hidroxilo, ciano, tiociano, nitro, alquilo inferior, trifluorometilo, alcoxilo inferior, formilo, alquilcarbonilo inferior, benzoilo, metilbenzoilo, alcoxycarbonilo inferior, benciloxycarbonilo, ciclohexilcarbonilo, fenoxycarbonilo, alcoxycarboniloxilo inferior, benciloxycarboniloxilo, alquilcarboniloxilo inferior, benzoiloxilo,



- alquilcarbonilamino inferior, benzoilamino, alquilsulfoni -
lo inferior, cloroetilsulfonilo, hidroxietilsulfonilo, ami -
nosulfonilo (insustituído o mono- o di-sustituído por
5. grupos de alquilo inferior), di-(hidroxietil)-aminosulfo -
nilo, fenilaminosulfonilo, (cloro- o metoxi)-fenilamino -
sulfonilo, bencilaminosulfonilo, N-piperidilsulfonilo,
N-morfolinosulfonilo, alquilsulfoniloxilo inferior, ci -
clohexilsulfoniloxilo, clorometilsulfoniloxilo, ciano -
etilsulfoniloxilo, fenilsulfoniloxilo, aminosulfonilo -
10. xilo, (cloro- o metoxi)-fenilsulfoniloxilo, N-morfoli -
nosulfoniloxilo, etileniminosulfoniloxilo, monoalquilo
inferior- o dialquilo inferior-aminosulfoniloxilo, fe -
nilaminosulfoniloxilo, N-fenil-N-(alquilo inferior)-
aminosulfoniloxilo, N-(metoxi- o cloro)-fenilaminosul -
15. foniloxilo, fenilamino, nitrofenilamino, dinitrofenil -
amino, fenilo, fenoxilo y/o acetilaminofenilo), un ra -
dical de fenilazofenilo (eventualmente sustituido por
átomos de cloro o de bromo o grupos de hidroxilo, cia -
no, nitro, alquilo inferior, trifluorometilo, alcoxilo
20. inferior o fenoxilo), un radical de naftilo (eventual -
mente sustituido por grupos de metoxilo, etoxilo, feni -
lazo o dimetilaminosulfonilo), un radical de tiazolilo
(eventualmente sustituido por átomos de cloro o de
bromo o grupos de nitro, ciano, tiociano, alquilo infe -
25. rior, alcoxilo inferior, alquilo inferior-mercaptop, feni -
lo, bencilo, fenetilo, cianocarbonilo, alquilo inferior -
carbonilo, alcoxilo inferior-carbonilo, trifluorometi -
lo, alquilo inferior-carbonilo y alquilo-inferior-sulfo -
nilo), un radical de benzotiazolilo (eventualmente subs -



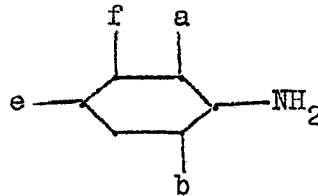
- tituido por átomos de cloro o de bromo o grupos de ciano, tiociano, nitro, alquilo inferior, alcoxilo inferior, bencilo, feniletilo, alquilo inferior-sulfonilo, fenilo, alquilo inferior-mercapto, alcoxilo inferior-carbonilo,
5. alquilo inferior-carbonilo, trifluorometilo, cianoetil-sulfonilo, aminosulfonilo o mono- o di-alquilo inferior-aminosulfonilo), un radical de pirazolilo (eventualmente substituido por grupos de ciano, alquilo inferior, alcoxilo inferior, alcoxilo inferior-carbonilo o fenilo),
10. un radical de tiadiazolilo (eventualmente substituido por grupos de alcoxilo inferior, alquilo inferior, fenilo, alquilo inferior-sulfonilo o alquilo inferior-mercapto), un radical de imidazolilo (eventualmente substituido por grupos de nitro o de alquilo inferior), un
15. radical de tienilo (eventualmente substituido por grupos de nitro, alquilo inferior, alquilo inferior-sulfonilo, alcoxilo inferior-carbonilo o acetilo), un radical de isotiazolilo (eventualmente substituido por grupos de alquilo inferior, nitro, ciano o fenilo) y un radical de
20. benzisotiazolilo (eventualmente substituido por grupos de alquilo inferior o de nitro o por átomos de halógeno). Grupos de alquilo inferior son, por ejemplo, los radicales de metilo, etilo, propilo, isopropilo e isobutilo.

El radical diazoico D se deriva preferentemente de aminas que presentan un anillo pentagonal heterocíclico con 2 o 3 heteroátomos (sobre todo, un átomo de nitrógeno y uno o dos átomos de azufre, de oxígeno o de nitrógeno como heteroátomos); y de aminobencenos, sobre todo de aminobencenos substituidos negativamente en los que

25.



Los: substituyentes tienen valores sigma positivos según la ecuación de Hammett, en particular los de la fórmula



5.

en la que

- 10. a significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo alquílico o alcoxílico, nitroso, cianógeno, carboalcoxílico o alquilsulfónico;
- b significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo alquílico, cianógeno o trifluorometílico;
- 15. e significa un átomo de halógeno o un grupo nitroso, cianógeno, carboalcoxílico, arilazoico o alquilsulfonílico;
- y
- 20. f significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo carboalcoxílico o carbonamídico.

A título de ejemplos cabe reseñar :

- el 2-aminotiazol,
- el 2-amino-5-nitrotiazol,
- 25. el 2-amino-5-metilsulfonil-tiazol,
- el 2-amino-5-cianotiazol,
- el 2-amino-4-metil-5-nitrotiazol,
- el 3-amino-benzoisotiazol-2,1,
- el 3-amino-5-cloro-benzoisotiazol-2,1,



- el 3-amino-5-nitro-7-cloro-benzoisotiazol-2,1,
- el 3-amino-5-cloro-7-bromo-benzoisotiazol-2,1,
- el 3-amino-5,7-dibromo-benzoisotiazol-2,1,
- la 2-ciano-4,6-dibromo-anilina,
- 5. la 2-ciano-4-cloro-6-bromo-anilina,
- la 2-ciano-4,6-dicloro-anilina,
- el 2-amino-4-metiltiazol,
- el 2-amino-4-feniltiazol,
- el 2-amino-4-(4'-cloro)-feniltiazol,
- 10. el 2-amino-4-(4'-nitro)-feniltiazol,
- la 3-aminopiridina,
- la 3-aminoquinolina,
- el 3-aminopirazol,
- el 3-amino-1-fenilpirazol,
- 15. el 3-aminoindazol,
- el 3-amino-1,2,4-triazol,
- el 5-(metil-, etil-, fenil- o bencil)-1,2,4-triazol,
- el 3-amino-1-(4'-metoxifenil)-pirazol,
- el 2-aminobenzotiazol,
- 20. el 2-amino-6-metilbenzotiazol,
- el 2-amino-6-metoxibenzotiazol,
- el 2-amino-6-clorobenzotiazol,
- el 2-amino-6-cianobenzotiazol,
- el 2-amino-6-sulfocianobenzotiazol,
- el 2-amino-6-nitrobenzotiazol,
- 25. el 2-amino-6-carboetoxibenzotiazol,
- el 2-amino-(4- o 6-)-metilsulfonilbenzotiazol,
- el 2-amino-1,3,4-tiadiazol,
- el 2-amino-1,3,5-tiadiazol,
- el 2-amino-4-fenil- o 4-metil-1,3,5-tiadiazol,



- el 2-amino-5-fenil-1,3,4-tiadiazol,
- el 2-amino-3-nitro-5-metilsulfonil-tiofeno,
- el 2-amino-3,5-bis-(metilsulfonil)-tiofeno,
- el 5-amino-3-metil-isotiazol,
- 5. el 2-amino-4-ciano-pirazol,
- el 2-(4'-nitrofenil)-3-amino-4-cianopirazol,
- la 3- ó 4-aminoftalimida,
- el aminobenceno,
- el 1-amino-2-trifluorometil-4-clorobenceno,
- 10. el 1-amino-2-ciano-4-clorobenceno,
- el 1-amino-2-carbometoxi-4-clorobenceno,
- el 1-amino-2-carbometoxi-4-nitrobenceno,
- el 1-amino-2-cloro-4-cianobenceno,
- el 1-amino-2-cloro-4-nitrobenceno,
- 15. el 1-amino-2-bromo-4-nitrobenceno,
- el 1-amino-2-cloro-4-carboetoxibenceno,
- el 1-amino-2-cloro-4-metilsulfonilbenceno,
- el 1-amino-2-metilsulfonil-4-clorobenceno,
- el 1-amino-2,4-dinitro-6-metilsulfonilbenceno,
- 20. el 1-amino-2,4-dinitro-6-(2'-hidroxi-etilsulfonil)-benceno,
- el 1-amino-2,4-dinitro-6-(2'-cloro-etilsulfonil)-benceno,
- el 1-amino-2-metilsulfonil-4-nitrobenceno,
- el 1-amino-2,4-dinitrobenceno,
- el 1-amino-2,4-dicianobenceno,
- 25. el 1-amino-2-ciano-4-metilsulfonilbenceno,
- el 1-amino-2,6-dicloro-4-cianobenceno,
- el 1-amino-2,6-dicloro-4-nitrobenceno,
- el 1-amino-2,4-diciano-6-clorobenceno,
- el éster ciclohexílico de ácido 4-amino-benzoico,



- el 1-amino-2,4-dinitro-6-clorobenceno,
y en particular
el 1-amino-2-ciano-4-nitrobenceno,
las amidas de ácido 1-aminobencen-2-, -3- o -4-sulfónico
5. (como la N-metil-, N,N-dimetil- o N,N-diethylamida),
la amida de ácido N,gamma-isopropiloxipropil-2-amino-
naftalin-6-sulfónico,
la amida de ácido N,gamma-isopropiloxipropil-1-aminoben-
cen-2-, -3- o -4-sulfónico,
10. la amida de ácido N-isopropil-1-aminobencen-2-, -3- o -4-
sulfónico,
la amida de ácido N,gamma-metoxipropil-1-aminobencen-2-,
-3- o -4-sulfónico,
la amida de ácido N,N-bis-(beta-hidroxi-etil)-1-aminobencen-
15. -2-, -3- o -4-sulfónico,
la amida de ácido 1-amino-4-cloro-clorobencen-2-sulfónico;
y los derivados N-sustituídos
sulfamato de 2-, 3- o 4-aminofenilo,
sulfamato de 2-amino-4-, -5- o -6-metilfenilo,
20. sulfamato de 2-amino-5-metoxi-fenilo,
sulfamato de 3-amino-6-clorofenilo,
sulfamato de 3-amino-2,6-diclorofenilo,
sulfamato de 4-amino-2- o -3-metoxifenilo,
sulfamato de N,N-dimetil-2-aminofenilo,
25. sulfamato de N,N-di-n-butyl-2-aminofenilo,
sulfamato de N,N-dimetil-2-amino-4-clorofenilo,
sulfamato de N,N-propil-3-aminofenilo,
sulfamato de N,N-di-n-butyl-3-aminofenilo,
N-sulfonato de O-(3-aminofenil)-N-morfolina,



- sulfonato de O-(3-aminofenil)-N-piperidina,
sulfamato de N-ciclohexil-O-(3-aminofenilo),
sulfonato de N-(N-metilanilin)-O-(3-aminofenilo),
sulfamato de N,N-dietyl-3-amino-6-metilfenilo,
5. sulfonato de N-etylaminin-O-(4-aminofenilo),
sulfamato de N,N-dimetil-4-aminofenilo,
sulfonato de O-(n-propil)-O-(3-aminofenilo),
sulfonato de O-beta-cloroetyl-O-(2-aminofenilo),
sulfonato de O-bencil-O-(3-aminofenilo),
10. sulfonato de O-etyl-O-(4-amino-2,6-dimetil-fenilo),
4-aminoazobenceno,
3,2'-dimetil-4-aminoazobenceno,
2-metil-5-metoxi-4-aminoazobenceno,
4-amino-2-nitroazobenceno,
15. 2,5-dimetoxi-4-aminoazobenceno,
4'-metoxi-4-aminoazobenceno,
2-metil-4'-metoxi-4-aminoazobenceno,
3,6,4'-trimetoxi-4-aminoazobenceno,
4'-cloro-4-aminoazobenceno,
20. 2'- o 3'-cloro-4-aminoazobenceno,
3-nitro-4-amino-2',4'-dicloroazobenceno y
amida de ácido 4-aminoazobencen-4'-sulfónico.

- En lugar de los componentes diazoicos que se han mencionado antes, exentos de grupos ionógenos hidrosolubilizantes, pueden emplearse también los que contienen grupos fibrorreactivos, como, por ejemplo :
25. - radicales s-triacínicos que lleven en el anillo triacínico uno o dos átomos de cloro o de bromo.
- radicales pirimidílicos que lleven en el anillo



- pirimidínico uno o dos átomos de cloro o bien uno o dos grupos de arilsulfonilo o de alcansulfonilo,
- grupos mono- o bis-(gamma-halogen-beta-hidroxi-propil)-amínicos,
- 5.
- radicales beta-halogenetilsulfamílicos,
 - grupos beta-halogenetoxílicos,
 - grupos beta-halogenetilmercaptílicos,
 - grupos 2-cloro-benzotiazolil-6-azoicos,
 - grupos 2-clorobenzotiazolil-6-amínicos,
- 10.
- radicales gamma-halogen-beta-hidroxi-propil-sulfamílicos,
 - grupos cloroacetilamínicos,
 - grupos alfa,beta-dibromopropionílicos,
 - grupos vinilsulfonílicos y
- 15.
- grupos 2,3-epoxipropílicos.

Componentes diazoicos fibrorreactivos apropiados son, por ejemplo :

- 1a N,beta-cloroetil-3-cloro-4-amino-bencensulfamida
(clorhidrato),
20. 1a N,beta-cloroetil-4-aminobencen-sulfamida
(clorhidrato),
- 1a 3-bromo-4-amino-omega-cloroacetofenona,
- 1a N,gamma-cloro-beta-hidroxi-propil-4-aminobencen-sulfamida
25. 1a N,beta-cloroetil-1-amino-4-naftilsulfonamida,
- 1a N,beta-cloroetil-1-amino-3,5-dicloro-bencensulfamida
- y
- 1a 4-(gamma-cloro-beta-hidroxi-propoxi)-anilina.

La diazoación de dichos componentes diazoicos pue-

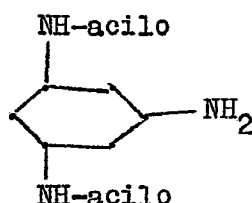


de, según la posición del grupo amínico correspondiente, efectuarse, por ejemplo, con ayuda de ácido mineral y nitrato sódico o, por ejemplo, con una solución de ácido nitrosil-sulfúrico en ácido sulfúrico concentrado.

- 5. La copulación puede efectuarse igualmente de manera ya conocida; por ejemplo, en medio neutro hasta ácido, eventualmente en presencia de acetato sódico o sustancias amortiguadoras o catalizadoras semejantes que influyan en la rapidez de copulación, como, por ejemplo, dimetilformamida, piridina o las sales de éstas.

Los componentes de copulación se obtienen, por ejemplo, reduciendo 3,5-dinitro-anilina a 5-nitro-1,3-m-fenilendiamina. Luego se diacila la diamina y se la reduce catalíticamente a 1,3-diacilamino-5-amino-benceno. Este

- 15. Último compuesto, que corresponde a la fórmula



- 20. puede alquilarse en el grupo amínico libre de manera ya conocida, por ejemplo, mediante reacción con óxido de etileno o mediante reacción con compuestos de halógeno (por ejemplo, ésteres de ácido cloroacético), reacción con epóxidos superiores y, eventualmente, acilación de los grupos hidroxílicos que se hayan podido originar.

- 25. Son agentes de acilación, por ejemplo, los haluros (y principalmente los cloruros) de ácido carboxílico, como el cloruro de acetilo, el cloruro de propionilo



y el cloruro de butirilo.

Los radicales R_1 y R_2 constituyen los radicales de ácidos carboxílico alifáticos de C_2-C_{18} , insubstituidos, como el radical de acetilo, cloroacetilo, propionilo, butirilo, 1-metil-butirilo, 2-metil-butirilo, 1-etil-butirilo, dimetilpropionil-butirilo, dimetilpropionilo, pentanoilo, hexanoilo, crotonilo, 1-etil-heptanoilo, heptanoilo, octanoilo, nonanoilo, decanoilo, dodecanoilo, tetradecanoilo, hexadecanoilo, palmitilo y octadecanoilo.

Los nuevos compuestos, sus mezclas entre sí y sus mezclas con otros colorantes azoicos sirven excelentemente para teñir y estampar cuero, lana, seda y sobre todo, fibras sintéticas, como por ejemplo fibras de acrílo o de acrilonitrilo, de poliacrilonitrilo o de polímeros mixtos a base de acrilonitrilo y otros compuestos vinílicos, como ésteres acrílicos, acrilamidas, vinilpiridina, cloruro de vinilo o cloruro de vinilideno, de polímeros mixtos a base de dicianoetileno y acetato de vinilo y asimismo de polímeros mixtos en bloque de acrilonitrilo, fibras de poliuretanos, poliolefinas, como polipropileno modificado básicamente, modificado con níquel o no modificado, triacetato y 2 1/2-acetato de celulosa y en particular fibras de poliamidas, como nilón-6, nilón-6,6 o nilon-12, y de poliésteres aromáticos, como los de ácido tereftálico y etilenglicol o 1,4-dimetilciclohexano, lo mismo que polímeros mixtos a base de ácido tereftálico e isoftálico y etilenglicol.

La tinción de dichos materiales de fibra con los colorantes azoicos de difícil solubilidad en agua conformes



a este invento se efectúa de preferencia en dispersión acuosa. Si los colorantes conformes a este invento contienen en el componente diazoico grupos hidrófilos (como, por ejemplo, uno o varios grupos de hidroxialquilo, carbonamidas o sulfonamidas), lo mejor es aplicarlos a partir de un baño de disolvente. Resulta pues conveniente dividir con finura los representantes utilizables como colorantes de dispersión, mediante molturación con coadyuvantes textiles (como, por ejemplo, dispersantes y, posiblemente, otras materias auxiliares de la molturación). Con el secado consecutivo se obtienen preparados colorantes constituidos por el coadyuvante textil y el colorante.

Por ejemplo, cabe citar como dispersantes del grupo no iónico utilizables con ventaja: los productos de adición de 8 moles de óxido de etileno a 1 mol de 1-terciocetilfenol, de 15 o bien 6 moles de óxido de etileno a aceite de ricino, de 20 moles de óxido de etileno al alcohol $C_{16}H_{33}OH$, los productos de adición de óxido de etileno a di-(alfa-fenil)etil)-fenoles, los tioéteres tercidodeclicos de óxido de polietileno, el éter poliaminopoliglicólico o los productos de adición de 15 o respectivamente 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de amina $C_{12}H_{25}NH_2$ o $C_{18}H_{37}NH_2$.

En concepto de dispersantes aniónicos cabe señalar: los ésteres de ácido sulfúrico y alcoholes de la serie grasa con 8 a 20 átomos de carbono, de los aductos de óxido de etileno de las amidas respectivas de ácido graso o de fenoles alquilados con 8 a 12 átomos de carbono en el radical alquílico; los ésteres de ácido sulfónico con radicales alquílicos de 8 a 20 átomos de carbono; los productos de sulfatación de grasas insaturadas y aceites insaturados;



los ésteros de ácido fosfórico con radicales alquílicos de 8 a 20 átomos de carbono; los jabones de ácido graso y asimismo los sulfonatos de alquilarilo, los productos de condensación de formaldehido con ácido naftalinsulfónico y los sulfonatos de lignina.

5.

Dispersantes catiónicos apropiados son los compuestos de amonio cuaternarios que contienen radicales alquílicos o aralquílicos con 8 a 20 átomos de carbono.

Además de los dispersantes, los preparados colorantes pueden contener todavía disolventes orgánicos, en particular los de punto de ebullición superior a 100°C, preferentemente miscibles con el agua, como el éter mono- y di-alquilglicólico, el dioxano, la dimetilformamida, la dimetilacetamida, la tetrametilsulfona o el sulfóxido de dimetilo. Con ventaja, el colorante, el dispersante, y el disolvente pueden molerse reunidos.

10.

15.

20.

25.

La tinción de las fibras de poliéster en dispersión acuosa con los colorantes difícilmente solubles en agua conformes a este invento se efectúa por los procedimientos usuales para los materiales de poliéster. Los poliésteres de ácidos policarboxílicos aromáticos con alcoholes polivalentes se tiñen de preferencia a temperaturas por encima de 100°C, con presión. Pero la tinción puede efectuarse también al punto de ebullición del baño tintóreo, en presencia de cromatóforos, por ejemplo fenilfenoles, compuestos policlorobencénicos o coadyuvantes semejantes, o bien por el procedimiento Thermosol, o sea fulardeo con tratamiento consecutivo en caliente (por ejemplo, termofijación), a 180-210°C. Las fibras de 2 1/2-acetato



de celulosa se tiñen preferentemente a temperaturas de 80 a 85°, mientras que las fibras de triacetato de celulosa se tiñen con ventaja al punto de ebullición del baño tintórico. Cuando se tiñen fibras de 2 1/2-acetato de celulosa o de poliamida, huelga el empleo de cromatóforos. Los colorantes antraquinónicos conformes a este invento pueden emplearse también para la estampación de dichos materiales por los métodos corrientes.

10. Las tinturas que se obtienen por el procedimiento aquí expuesto puede someterse a un tratamiento ulterior; por ejemplo, mediante calentamiento con una solución acuosa de un detergente desionizado.

15. En lugar de aplicarse por impregnación, los compuestos aquí indicados pueden, según este procedimiento, aplicarse también por estampación. Con tal fin se emplea, por ejemplo, una tinta de estampar que, además de los agentes auxiliares usuales en la estampación (como humectantes y espesantes), contiene el colorante finamente disperso.

20. Por otra parte, pueden teñirse también, por ejemplo, fibras sintéticas (como poliésteres y poliamidas) en baños de disolvente orgánico, como una mezcla de percloroetileno y dimetilformamida o en percloroetileno puro.

25. Por el procedimiento de este invento se obtienen tinturas y estampados intensos, de buenas propiedades de solidez, en particular buena solidez a la termofijación, a la sublimación, al plisado, al gas de escape, a la sobre-tinción, a la limpieza en seco, al cloro y a la humedad, como solidez al agua, al lavado y al sudor.

Los nuevos colorantes insolubles en agua pueden



- utilizarse también para la tinción de poliamidas, poliésteres y poliolefinas en la hilatura. El polímero que se ha de teñir, de conveniencia en forma de polvo, de granos o de recortes, como solución lista para hilar o en estado fundido, se mezcla con el colorante, el cual se aporta en estado seco o en forma de una dispersión o solución en un disolvente eventualmente volátil. Después de distribuir homogéneamente el colorante en la solución o en la fusión del polímero, se elabora la mezcla de manera conocida por colada, prensado o extrusión, formando fibras, hilos, monofilamentos, películas, etc.

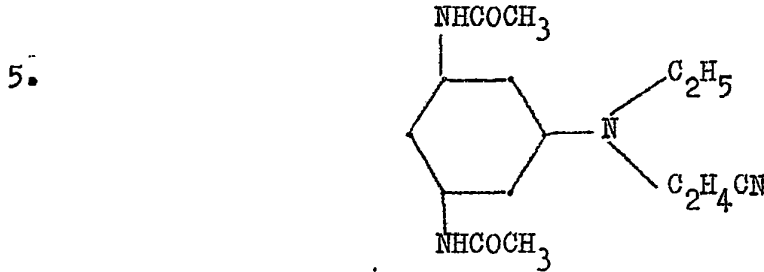
- En los ejemplos que siguen, mientras no se advierta otra cosa, las partes significan partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

Formulación 1.-

- a) Se agita a 100-105° de temperatura del baño, durante 36 horas, una mezcla de 20,7 partes de 3,5-diacetamido-anilina, 100 partes en agua, 0,25 partes de ácido clorhídrico concentrado y 6 partes de acrilonitrilo. Después del enfriamiento, la N,beta-cianoetil-3,5-diacetamido-anilina se segrega en forma de agujas incoloras (punto de fusión, 230°).
- b) Se calienta a 100° de temperatura del baño, durante 4 horas, una mezcla de 26,0 partes de N,beta-cianoetil-3,5-diacetamido-anilina, 17,0 partes de sulfato de dietilo, 100 partes de carbonato potásico y 200 partes de dimetilformamida. Después de separar por filtración el residuo inorgánico, se concentra el filtrado por completo, en vacío.



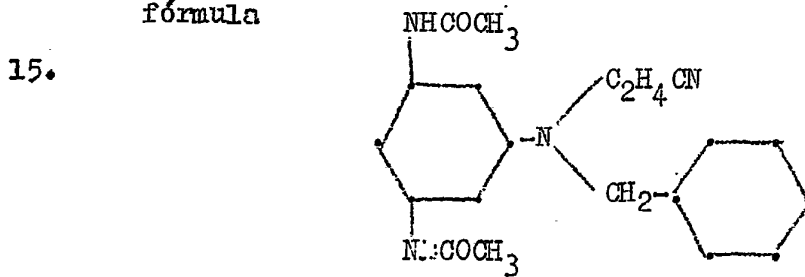
El residuo vídrioso se disuelve en 200 partes de agua por ca-
lentamiento. Después del enfriamiento, se precipita el com-
ponente de copulación de la fórmula



Punto de fusión: 200°.

10. Formulación 2.-

Si se actúa como en la Formulación 1, b), y en
lugar de sulfato de dietilo se emplean 19,0 partes de bromu-
ro de bencilo, se obtiene el componente de copulación de la
fórmula



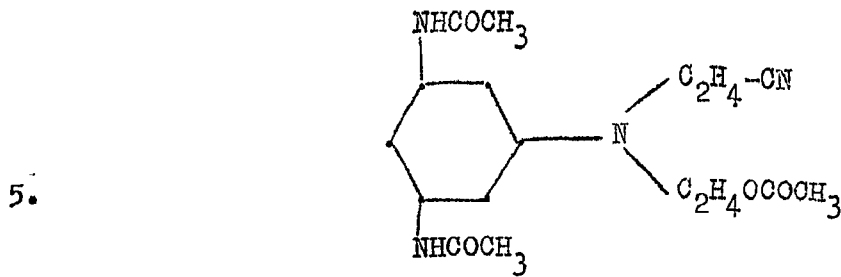
20. Formulación 3.-

En un recipiente cerrado, se trata a la temperatu-
ra del ambiente durante 6 a 7 horas una mezcla de 26,0 par-
tes de N,beta-cianoetil-3,5-diacetamido-anilina, 100 partes
de ácido acético concentrado, 100 partes de agua y 5 partes
de óxido de etileno licuofacto. Luego se concentra la mezcla
en vacío y se calienta el residuo vídrioso a 100° en baño de
María con 100 partes de ácido acético y 100 partes de anhí-
drido acético, durante una hora. Mediante la eliminación com-
pleta del disolvente, se obtiene el componente de copulación

25.



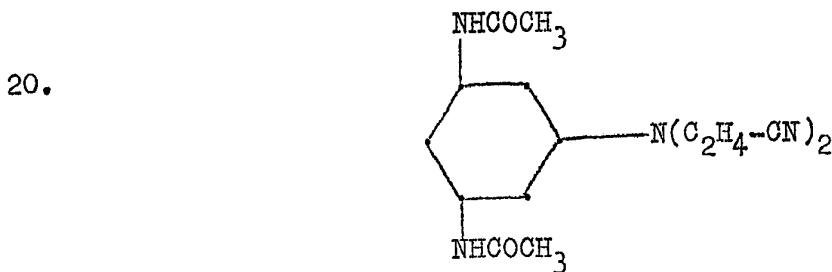
de la fórmula



en forma de aceite viscoso y débilmente amarillento, que se puede emplear sin más tratamiento.

Formulación 4.-

10. Agitando, se calienta a 100-110° (temperatura del baño) una mezcla de 26,0 partes de N,beta-ciano-etil-3,5-diacetamido-anilina, 10,6 partes de acrilonitrilo, 2,6 partes de bronce de cobre, 1,3 partes de acetato de cobre (II) y 100 partes de ácido acético, durante 6 horas. Se filtra
15. en caliente la mezcla reaccional, se concentra el filtrado por completo y se recoge el residuo en agua caliente. Después del enfriamiento, se obtiene el componente de copulación de la fórmula



en agujas tenues e incoloras, que funden a 213-214°.

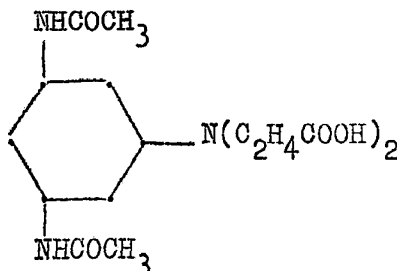
25. Formulación 5.-

- a) Se añaden 50 partes de agua a una mezcla de 46,0 partes de ácido 3-bromopropiónico y 26,0 partes de carbonato sódico y se calienta la mezcla con cautela para que no se origine enturbiamiento. Luego se agregan a la solución



20,7 partes de 3,5-diacetamidoanilina y se hierve la mezcla durante 3 a 4 horas sobre baño de agua hirviente. A conti - nuación se la enfría hasta 10-15° y se la trata con 20 a 30 partes de ácido clorhídrico concentrado, lo que precipita

5. el componente de copulación de la fórmula



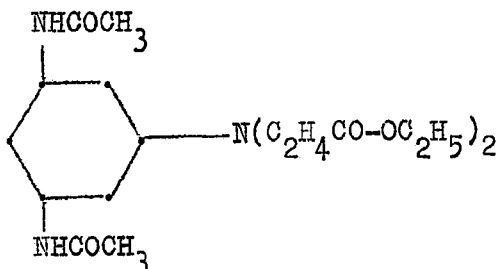
10.

que se separa por filtración, se lava y se seca.

b) Se mantiene en reflujo durante dos horas una mez - cla de 100 partes de carbonato potásico, 28,2 partes de sul - fato de dietilo, 300 partes de etilmetilcetona y 35,1 par - tes de N,N-di-(beta-carboxietil)-3,5-diacetamido-anilina.

15.

Después de filtrar y de evaporar el disolvente, se obtiene el componente de copulación de la fórmula



20.

en forma de aceite viscoso, que se emplea sin más purifica - ción.

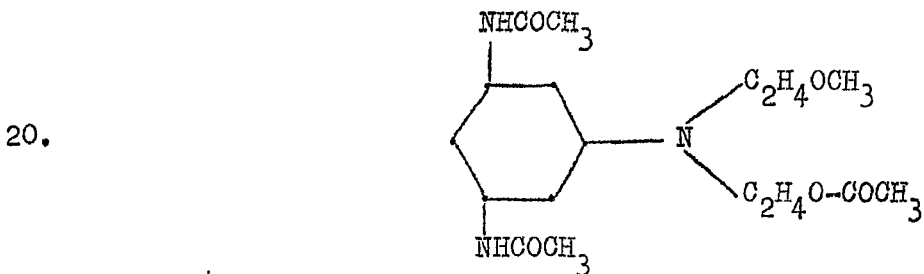
25. Formulación 6.-

Si en la Formulación 5, b), se emplean, en lugar del sulfato de dietilo, 28,0 partes de sulfato de dimetilo, se obtiene el éster dietílico de la N,N-di(beta-carboxie - til)-3,5-diacetamido-anilina.



Formulación 7.-

5. Se hierve en reflujo durante 16 horas una mezcla de 20,7 partes de 3,5-diacetamido-anilina, 100 partes de 2-metoxi-etanol y 10 partes de catalizador de níquel de Raney. Después de separar el catalizador por filtración, se concentra el filtrado por completo y el residuo vidrioso de N-beta-metoxietil-3,5-diacetamido-anilina se disuelve en 200 partes de ácido acético acuoso al 50%. Se trata la solución con 5,0 partes de óxido de etileno y se la agita durante 7 horas a la temperatura del ambiente, en recipiente cerrado. A continuación se evapora el disolvente, lo que da N,beta-metoxietil-N,beta-hidroxietil-3,5-diacetamido-anilina, en forma de aceite viscoso. El producto se utiliza directamente para la acetilación, para lo cual se le trata con una mezcla de 100 partes de ácido acético y 100 partes de anhídrido acético, a 100°C y durante una hora. Se obtiene el componente de copulación de la fórmula



que, sin más tratamiento, se emplea para preparar los colorantes azoicos.

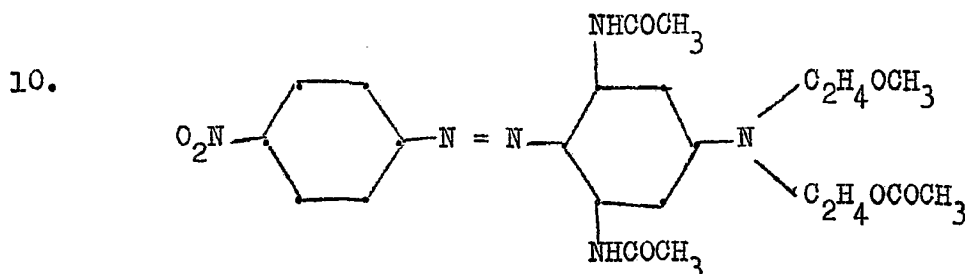
25.

EJEMPLO 1

Se disuelven con calentamiento 13,8 partes de p-nitroanilina en 30 partes de agua y 30 partes de ácido clorhídrico concentrado. Se vierte la solución en 80 partes de hielo triturado y se trata con 6,9 partes de nitri-



5. to sódico la suspensión resultante. Se agita la mezcla hasta que se ha originado una solución diazoica incolora y límpida, se añade ésta despacio a una solución en 300 partes de agua del componente de copulación descrito en la Formulación 7 (35,1 partes), mientras se la mantiene a temperatura de 0 a 5°, se la agita a continuación y por último se la diluye con 300 partes de agua. Esto hace que se precipite el colorante de la fórmula



15. que se separa por filtración, se lava y se seca. Este colorante tiñe las fibras de poliéster con maticos rojos azulados brillantes, de muy buenas propiedades de solidez.

EJEMPLO 2

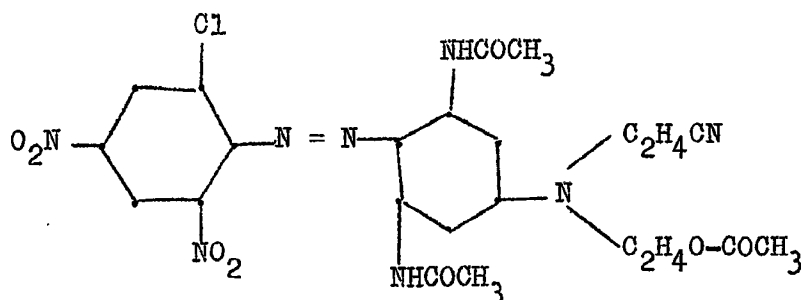
20. A la temperatura del ambiente, se añaden despacio y agitando 21,75 partes de 6-cloro-2,4-dinitro-anilina a 100 volúmenes de ácido nitrosil-sulfúrico 1 N. Después de media hora de agitación, se vierte la solución en 500 partes de hielo triturado. Eventualmente se destruye de la manera ordinaria, mediante adición de ácido sulfamínico, el ácido nitroso sobrante.

25. Luego se añado despacio la solución límpida a una solución de 34,6 partes de N,beta-cianoetil-N,beta-acetoxietil-3,5-diacetamido-anilina en 300 partes de una mezcla (5:1) de ácido acético glacial y ácido propiónico, mientras se mantiene la mezcla a temperatura



de 0 a 5°. Terminada la copulación (al cabo de unas 2 a 3 horas), se diluye la mezcla con agua. Se obtiene el colorante de la fórmula

5.

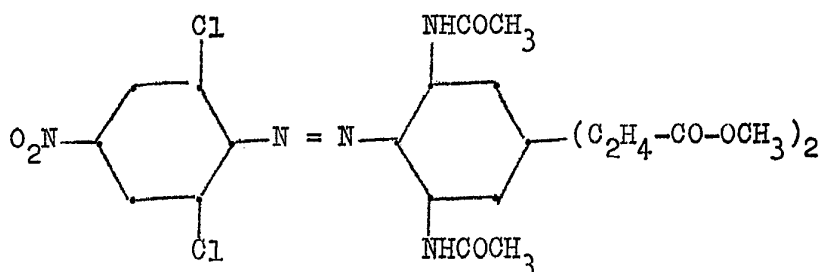


10. que se filtra, se lava y se seca. Este colorante tinte las fibras de poliéster con matices violados azulados, de excelentes propiedades de solidez.

EJEMPLO 3

15. Si se copula 2,6-dicloro-4-nitro-anilina, diazoada, con N,N-di-beta-metoxicarboniletíl-3,5-diacetamido-anilina, se obtiene el colorante de la fórmula

20.



25.

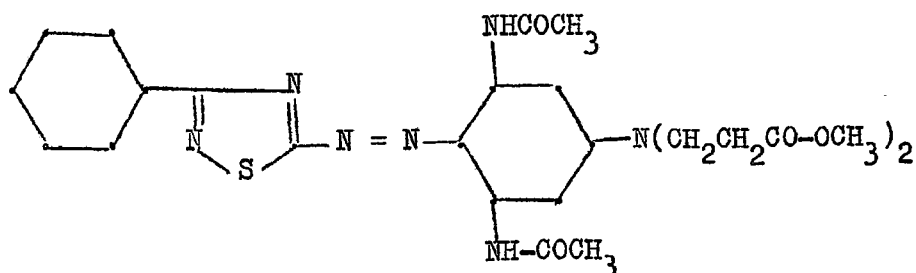
el cual tinte las fibras de poliéster con matices de un rojo rubí, de buena solidez a la luz y buena resistencia al calentamiento en seco.

EJEMPLO 4

Se disuelven mediante agitación a la temperatura del ambiente 17,7 partes de 2-amino-4-fenil-1,3,5-tiadiazol en 250 partes de ácido fosfórico al 85%. Se enfría la



- solución hasta temperatura de -10° a -12° , se la trata con 0,1 parte de bromuro potásico y con 6,9 partes de nitrito sódico seco y se la agita durante 3 horas a la misma temperatura. Luego se añade la mezcla, despacio y agitando, a una solución, enfriada hasta 5° , de 37,9 partes de N,N-di-beta-metoxicarbonil-etil-3,5-diacetamido-anilina en 300 partes de una mezcla de ácido acético/ácido propiónico (5:1). Se agita la mezcla por 2 horas todavía y a continuación se precipita con agua el colorante, de la manera ordinaria. Se obtiene el colorante de la fórmula



- el cual tiñe las fibras de poliéster con matices rojos de buenas propiedades de solidez.

- De manera análoga se obtienen los colorantes referidos en la tabla que sigue, en la cual los símbolos se refieren a la primera fórmula que se ha expuesto en la definición del invento.

TABLA 1

No	I D	II				III Matiz
		R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	
25. 5	2-cloro-4-nitroanilina	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ CN	violado
6	2-amino-6-nitrobenzotiazol	"	"	"	"	"
7	2-metil-sulfonil-4-nitroanilina	"	CH ₃	"	"	rojo
8	2-amino-5-nitrotiazol	"	"	CH ₂ Ph	"	azul rojizo



TABLA 1 (cont.)

Nº	I D	II				III Matiz	
		R ₁	R ₂	R ₃	R ₄		
5.	9	6-bromo-2-ciano-4-ni- troanilina	CH ₃	CH ₃	CH ₂ Ph	C ₂ H ₄ CN	azul
	10	éster metílico de ácido 2-amino-5-ni- tro-benzoico	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	"	"	rojo amari- lento
	11	6-cloro-2,4-dinitro anilina	"	"	C ₂ H ₄ Ph	"	violado
10.	12	2,4-dinitroanilina	CH ₃	C ₃ H ₇	"	"	rojo violado
	13	2-amino-5-fenil-1, 3,4-tiadiazol	"	CH ₃	"	"	rojo carmesí
	14	2,6-dicloro-4-nitro anilina	"	"	C ₂ H ₄ OH	"	rojo rubí
15.	15	2-cloro-4-metil-sul- fonilanilina	"	"	"	"	rojo anaran- jado
	16	3-aminobenzotiazol- 2,1	"	"	"	"	azul rojizo
	17	6-cloro-2-ciano-4- nitroanilina	"	"	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	"	"
	18	2-amino-6-etoxi-ben- zotiazol	"	"	"	"	rojo
20.	19	4-aminoazobenceno	"	"	"	"	rojo ana- ranjado
	20	4-nitroanilina	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ OCOPh	"	rojo
	21	3-aminopiridina	"	"	"	"	"
	22	5-amino-3-metil-1,2- isotiazol	"	"	"	"	rojo ana- ranjado
25.	23	2-bromo-4-nitroani- lina	CH ₃	"	C ₂ H ₄ OCONHPh	"	rojo
	24	2-ciano-4-nitroani- lina	"	"	"	"	violado
	25	2-metilsulfonil-4- nitroanilina	"	"	"	"	rojo azulado



TABLA 1 (cont.)

No	I D	II				III Matiz	
		R ₁	R ₂	R ₃	R ₄		
5.	26	4-nitroanilina	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₄ CN	rojo
	27	4-amino-4'-metoxiazobenceno	"	"	"	"	anaranjado rojizo
	28	6-cloro-2,4-dicianoanilina	"	"	"	"	violado
10.	29	2,6-dicloro-4-nitroanilina	"	"	C ₂ H ₄ CN	"	rojo rubi
	30	5-amino-3-metil-1-fenil-pirazol	"	"	"	"	rojo amarillento
	31	2-cloro-4-nitroanilina	"	"	C ₃ H ₆ CN	"	rojo
	32	6-bromo-2,4-dinitroanilina	"	"	"	"	violado
15.	33	2,4-dinitroanilina	"	"	C ₂ H ₄ COOCH ₃	"	"
	34	3-amino-5-nitro-7-bromobenzoisotiazol-2,1	"	"	"	"	azul
20.	35	6-cloro-2,4-dinitroanilina	"	"	"	C ₂ H ₄ COOCH ₃	violado
	36	2-amino-6-metoxibenzotiazol	"	"	"	"	rojo
	37	2-ciano-4-metilsulfonil-anilina	"	C ₂ H ₅	"	"	rojo anaranjado
	38	4-nitroanilina	"	CH ₃	C ₂ H ₄ COOC ₂ H ₅	C ₂ H ₄ COOC ₂ H ₅	rojo
25.	39	6-bromo-2-ciano-4-nitroanilina	"	"	"	"	azul
	40	2-amino-5-metil-1,3,4-tiadiazol	"	"	"	"	rojo
	41	2-amino-5-cianotiazol	"	"	C ₂ H ₄ CO-OC ₆ H ₅	C ₂ H ₄ CO-OC ₆ H ₅	azul



TABLA 1 (cont.)



Nº	I D	II				III Matiz	
		R ₁	R ₂	R ₃	R ₄		
5.	42	2-metil-4-nitro anilina	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₄ CO-OC ₆ H ₅	C ₂ H ₄ CO-OC ₆ H ₅	rojo
	43	2,4-dicianoani- lina	"	"	"	"	rojo anar- ranjado
	44	2,6-dicloro-4- -nitroanilina	"	"	C ₃ H ₆ COOCH ₃	C ₃ H ₆ COOCH ₃	pardo rojizo
	45	4-amino-benzo- fenona	"	"	"	"	anaran- jado
10.	46	4-nitro-2-tri- fluorometila- nilina	"	"	"	"	rojo ama- rillento
	47	4-nitroanilina	"	"	C ₂ H ₄ CONHPh	C ₂ H ₄ CONHPh	rojo
	48	éster etílico de ácido 4-ami- no-5-cloro-ben- zoico	"	"	"	"	rojo anar- ranjado
15.	49	2-cloro-4-nitro anilina	"	"	C ₂ H ₄ CON 	C ₂ H ₄ CON 	rojo
	50	2-metoxi-4-ni- troanilina	"	"	"	"	anaranja- do roji- zo
	51	2-amino-6-metil- -sulfonilben- zotiazol	"	"	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ Cl	violado rojizo
20.	52	3,5-dinitroani- lina	"	"	n-C ₄ H ₉	"	rosa
	53	2-amino-5-acetil- -3-nitrotiofe- no	"	"	"	"	azul
	54	6-cloro-2,4-di- nitroanilina	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	"	violado
25.	55	2-aminoacetofe- nona	"	"	"	"	rojo anar- ranjado
	56	2,6-dicloroani- lina	"	"	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	rojo rubí
	57	2-amino-5-fenil- -1,3,4-tiadia- zol	"	"	"	"	rojo

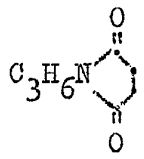


TABLA 1 (cont.)

Nº	I D	II				III Matiz	
		R ₁	R ₂	R ₃	R ₄		
5.	58	5-amino-3-metil-4-nitro-1,2-isotiazol	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	C ₂ H ₄ OCH ₃	violado azulado
	59	2-ciano-4-nitroanilina	"	"	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ OC ₂ H ₄ CN	violado
	60	éster etoxietílico de ácido 4-amino-benzoi-co	"	"	"	"	anaranjado
10.	61	2-metil-sulfonil-4-nitroanilina	CH ₃	"	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	C ₂ H ₄ OC ₂ H ₅	rojo
	62	2-amino-5,6-diclorobenzotiazol	"	"	"	"	rojo azulado
15.	63	2,6-diciano-4-nitroanilina	"	CH ₃	"	"	azul
	64	2-metoxi-4-nitroanilina	"	"	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ OCOPh	rojo anaranjado
	65	4-amino-omega-cloroacetofenona	"	"	"	"	"
20.	66	6-cloro-2,4-dinitroanilina	C ₃ H ₇	C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₄ CONH ₂	violado azulado
	67	4-amino-2,5-dimetoxiazobenceno	"	"	"	"	rojo
	68	4-nitroanilina	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	C ₂ H ₄ CON(C ₂ H ₅) ₂	"
25.	69	5-amino-3-metil-1-fenilpirazol	"	"	"	"	rojo anaranjado
	70	6-bromo-2-ciano-4-nitroanilina	CH ₃	CH ₃	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₄ COPh	azul
	71	2-cloro-4-metil-sulfonilani-lina	"	"	"	"	rojo anaranjado



TABLA 1 (cont.)

Nº	I D	II				III Matiz	
		R ₁	R ₂	R ₃	R ₄		
5.	72	3-aminopiridina	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	C ₂ H ₄ COCH ₃	rojo
	73	5-amino-1-metil-4-nitroimidazol	"	"	"	"	azul rojizo
	74	2,6-dicloro-4-nitroanilina	"	"	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ OPh	rojo rubí
	75	4-aminobenzofenona	"	"	"	"	rojo anaranjado
10.	76	2-amino-6-carboetoxi-benzotiazol	"	"	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₄ OCONHC ₄ H ₉	violado rojizo
	77	5-amino-1-metil-4-nitroimidazol	"	"	"	"	azul rojizo
15.	78	4-nitroanilina	"	"	CH ₂ COOCH ₃	CH ₂ COOCH ₃	rojo amarillento
	79	4-aminoazobenceno	"	"	"	"	anaranjado
	80	2-amino-5-cianotiazol	"	"	"	"	violado rojizo
20.	81	2,4-dinitroanilina	"	"	C ₂ H ₅		violado
	82	2-amino-6-etoxibenzotiazol	"	"	"	"	rojo
	83	2-amino-5-fenil-1,3,4-tiadiazol	"	"	n-C ₄ H ₉	C ₂ H ₄ NHCOCH ₃	"
25.	84	4-nitro-2-trifluorometilani-lina	"	"	"	"	rojo anaranjado
	85	2,6-dicloroanilina	"	"	C ₂ H ₄ OCOCH ₂ OPh	C ₂ H ₄ OCH ₃	pardo rojizo
	86	2-amino-5-acetil-3-nitrotiofeno	"	"	"	"	azul rojizo



5.

TABLA 1 (cont.)

Nº	I D	II				III Matiz
		R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	
5. 87	6-cloro-2,4-dinitroanilina	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₄ OCOCH=CHPh	C ₂ H ₄ OCH ₃	violado azulado
	88 2-cloro-4-metil sulfonilanilina	"	"	"	"	rojo anaranjado
	89 3,5-dinitroanilina	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	rosa
10. 90	6-bromo-2-ciano-4-nitroanilina	"	"	"	"	violado azulado
	91 2-nitroanilina	"	"	"	"	anaranjado rojizo
15. 92	dimetilamida de ácido 1-amino-2,5-dicloro-4-sulfónico	"	"	"	"	rojo

Prescripción tintórea

Se muele en húmedo 1 parte del colorante obtenido según el Ejemplo 1 con 2 partes de una solución acuosa al 50% de la sal sódica del ácido dinaftilmetandisulfónico.

20. Se agita este preparado colorante con 40 partes de una solución acuosa al 10% de la sal sódica del ácido N-bencil- μ -heptadecil-bencimidazoldisulfónico y se añaden 4 partes de una solución de ácido acético al 40%. Diluyendo con agua, se prepara con esto un baño tintóreo de 4.000 partes.

25. En este baño se introducen, a 50°, 100 partes de un tejido de fibra de poliéster, limpio. Se aumenta la temperatura en el curso de media hora de 120 a 130° y se tiñe durante una hora a esta temperatura, en recipiente cerrado.

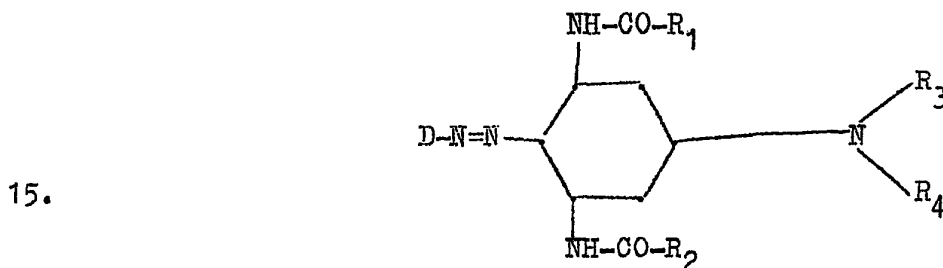


A continuación se aclara bien. Se obtiene una tintura rojo azulada vigorosa, de excelente solidez a la luz y a la sublimación.

REIVINDICACIONES

5. Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 16782/71 del 18 noviembre 1971.

10. 1.- Procedimiento para la preparación de compuestos azoicos, que están desprovistos de grupos ácidos solubilizantes en agua, de la fórmula



en la que

- D es el radical de un componente diazoico;
- R₁ y R₂ son radicales alquílicos;
20. R₃ es un átomo de hidrógeno o un radical alquílico que puede estar interrumpido por uno o varios heteroátomos y/o que puede llevar sustituyentes; y
- R₄ es un radical alquílico que puede estar interrumpido por un heteroátomo a lo menos y que está sustituido por uno o varios átomos de halógeno o radicales de ciano, fenilo, alcoxilo, alcoxicarbonilo, ariloxicarbonilo, alquilaminocarbonilo, arilaminocarbonilo, morfolinilcarbonilo, aminocarbonilo,
25. dialquilaminocarbonilo, alquilaminocarboniloxilo,



de un benceno, de una quinolina, de un benzotiazol, de un tiazol, de un isotiazol, de un benzoisotiazol, de un benzoxazol, de un bencimidazol, de un triazol, de un pirazol o de un tiadiazol.

5. 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por partirse de componentes de copulación y componentes diazoicos que carecen de substituyentes formadores de iones.

10. 6.- Procedimiento para la preparación de compuestos azoicos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de 35 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 17 Noviembre 1972

15. p. a.

JAIME ISERN

p. p.

Firmado: JOSÉ F. NIETO

NIA