



409594

PATENTE DE INVENCION  
=====

Ref: Case 150-3349. 3700/RA/HP.

409594

*Memoria Descriptiva*

sobre:

Procedimiento para la obtención de derivados diazoicos de la p-fenileno-diamina.

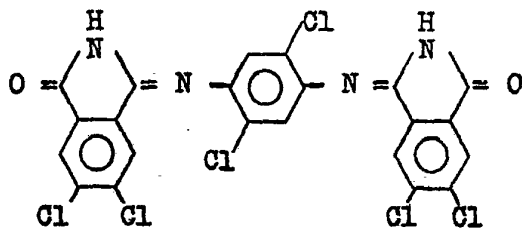
Int. Cl.<sup>2</sup>: C07D11C09B

Fc 28-7-75

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

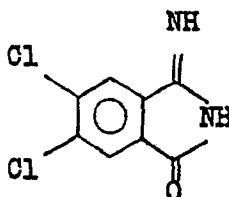
=====

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de derivados diazoicos de la p-fenileno-diamina de la fórmula I,



I

que se caracteriza por el hecho de que se condensa un compuesto de la fórmula II



II

con 2,5-dicloro-para-fenileno-diamina o con una sal neutra de la misma.

5. Conviene efectuar la reacción de condensación en disolventes orgánicos polares, por ejemplo, alcoholes, éteres alcohólicos, N-dialquil-acilamidas o dimetil-sulfóxido, y a temperaturas de hasta 200°C, preferiblemente entre 70° y 140°C. La reacción se efectúa preferiblemente utilizando una sal neutra de la p-fenileno-diamina, formada con un ácido fuerte,
10. por ejemplo, el clorhidrato o el sulfato. Al usarse la diamina libre, conviene efectuar la reacción con un ácido capaz de ligar el amoniaco que se viene liberando durante la reacción, por ejemplo, ácido acético glacial.
15. Los nuevos compuestos así obtenidos, en especial después del acondicionamiento usual para los colorantes de pigmentos, son adecuados para el teñido de masas sintéticas, entre las cuales se entienden los polímeros sintéticos y resinas sintéticas conteniendo disolventes o libres de disolventes, incluyendo los recubrimientos base oleosa o acuosa, lacas y es-
- 20.

409594

- 3 -



- maltes de las más distintas clases, y soluciones de hilado. Entre los materiales poliméricos apropiados se incluye la rayón viscosa y el acetato de celulosa, el polietileno, el poli-  
estireno y el cloruro polivinílico, el caucho, las resinas de  
5. melamina, las resinas de aldehído-melamina, por ejemplo, las resinas de cocoaldehído-melamina y los poroméricos (cueros sintéticos). También se puede emplear el pigmento como colorante de estampación en la industria gráfica, para el tejido de masas de papel, para la estampación de pigmentos y para el  
10. recubrimiento de textiles.
- Se pueden aplicar métodos normalmente utilizados.
- Las partes mencionadas en los Ejemplos siguientes son partes en peso y los porcentajes porcientos en peso; las temperaturas están indicadas en grados centígrados.
15. EJEMPLO 1
- Se agregan 47 partes de 5,6-dicloro-3-imino-iso-indolina y 25 partes de diclorhidrato de 2,5-dicloro-1,4-diaminobenceno a 400 partes de dimetilformamida. Se deja reaccionar la solución durante 16 horas a 100° con agitación fuerte. Se  
20. forma un precipitado amarillo; éste, después de enfriarlo, se filtra, se lava, primero con dimetilformamida y luego con agua, y se seca. Se disuelve el producto bruto, a 60°, en una mezcla de 500 partes de alcohol etílico y 25 partes de una solución al 33 % de hidróxido de sodio. A continuación se  
25. agrega carbón activado, se agita la solución durante corto tiempo y luego se filtra. Se acidifica el filtrado con 15 partes de ácido acético para precipitar nuevamente el producto. Este se filtra del medio caliente, se lava, primero con alcohol etílico y luego con agua, y se seca a 100°.

EJEMPLO DE TEÑIDO

5. Se añaden 4 partes del pigmento obtenido según el Ejemplo precedente, a 96 partes de una mezcla constituida de 50 partes de una solución al 60 % de resina de cocoaldehido-melamina con un contenido graso de 32 % en xileno, 30 partes de una solución al 50 % de resina de melamina en butanol, 10 partes de xileno y 10 partes de un éter monoetilico-etileno glicol; se moltura la mezcla durante 24 horas en un molino de bolas. Se pulveriza la dispersión obtenida sobre una lámina de aluminio, la capa de revestimiento se seca al aire durante 30 minutos y luego en el horno durante 30 minutos a 120°. Se obtiene una película de color amarillo brillante y que tiene una excelente solidez a la luz y a las intemperies.

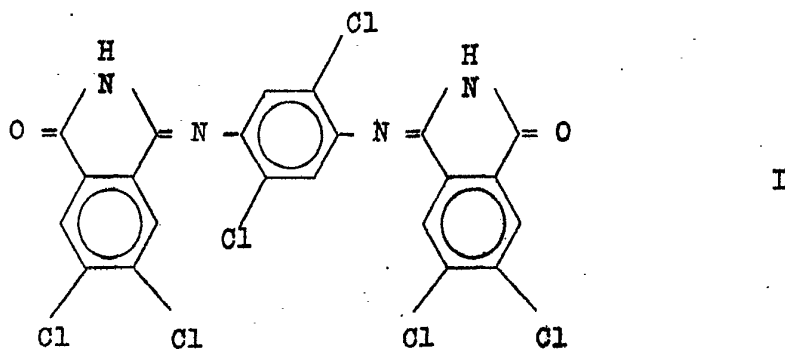
- N O T A -

15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el
20. invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Suiza, con fecha 15 de diciembre de 1971, bajo el número 18354/71, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se
25. solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DERIVADOS DIAZOICOS DE LA P-FENILENO-DIAMINA; caracterizándose por lo siguiente:

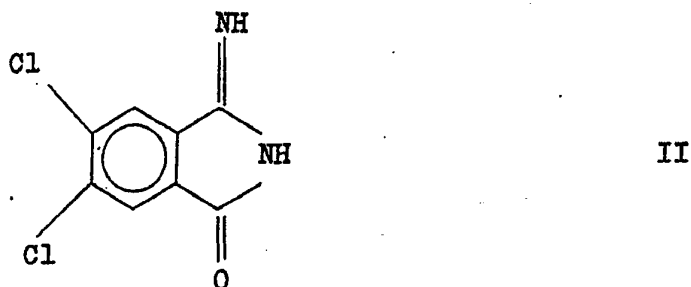
1º.- Procedimiento para la obtención de derivados diazoicos de la p-fenileno-diamina, de fórmula I,

409594

- 5 -



caracterizado por el hecho de que se condensa el compuesto de la fórmula II



con 2,5-dicloro-para fenileno-diamina ó con una sal neutra de la misma.

5

2<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción de condensación se efectúa en disolventes orgánicos polares, tales como alcoholes, éteres alcohólicos, N-dialquil-acilamidas, dimetil-sulfóxido y similares.

10

3<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción de condensación se efectúa a temperaturas hasta los 200° C., preferentemente entre 70 y 140° C.

15

4<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción se efectúa preferentemente

409594

- 6 -



utilizando una sal neutra de p-fenilendiamina, formada con un ácido fuerte, y con un ácido capaz de ligar el amoníaco que se libera durante la reacción, tal como ácido acético glacial.

5

5ª.- Procedimiento para la obtención de derivados diazóticos de la p-fenileno-diamina, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 6 hojas escritas a máquina por una sola cara.

10

Madrid

14 MAYO 1975

SANDOZ A.G.

J. GOMEZ ACEBO Y GODEA  
Director General de la División Farmacéutica