



411176

PATENTE DE INVENCION

Case 150-3364.

3700/JK/Cs.

Int. Cl.:	C09B
-----------	------

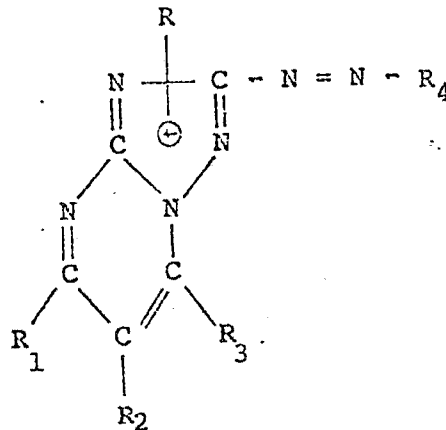
Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COLORANTES
AZOICOS BASICOS

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

La presente invención se relaciona con la
producción de colorantes azoicos básicos. En particular,
la presente invención proporciona colorantes azoicos bá-
sicos, libres de grupos ácido sulfónico, y que corres-
ponden a la fórmula I,



I

en la que R significa un radical alquilo o alqueni-
 lilo sin sustituir o sustituidos, conteniendo de hasta 18 áto-
 mos de carbono,

5 R_1 y R_3 son independientes entre sí y significan, cada una,
 un átomo de hidrógeno, un grupo hidroxilo, un áto-
 mo de halógeno, un radical alquilo, arilo, ciclo-
 alquilo, alcoxi o ariloxi sin sustituir o susti-
 tuídos, o un grupo amino sin sustituir o sustitui-
 do, o bien un radical alquiltio, siendo que el gru-
 10 po alquilo contiene de 1 a 18 átomos de carbono,
 el radical cicloalquilo contiene de 5 a 7 átomos
 de carbono, el radical alcoxi contiene 1 a 6 áto-
 mos de carbono y el radical alquiltio contiene de
 1 a 6 átomos de carbono,

15 R_2 significa un átomo de hidrógeno, un radical alqui-
 lilo, arilo o cicloalquilo sin sustituir o sustitui-
 dos, siendo que el radical alquilo contiene de 1 a



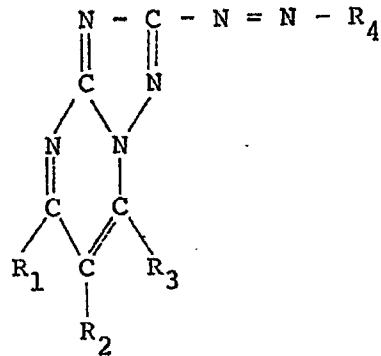
18 átomos de carbono y el radical cicloalquilo
 contiene de 5 a 7 átomos de carbono,

R_4 significa el radical de un componente de copula-
 ción de las series bencénica, naftalénica, o he-
 terocíclica, o un radical de un componente de co-
 pulación de las series alifáticas, y

5

A^{\ominus} significa un anión orgánico o inorgánico.

La invención proporciona también un procedimiento para la
 producción de colorantes azoicos que corresponden a la fórmula I,
 tal como definida más arriba, el que se caracteriza por el hecho de
 10 que se cuaterniza un compuesto de la fórmula II



II

en la que R_1 , R_2 , R_3 y R_4 son tales como definidas más arriba,
 con un compuesto de la fórmula III,

R - A

III

en la que R es tal como definida más arriba, y

15

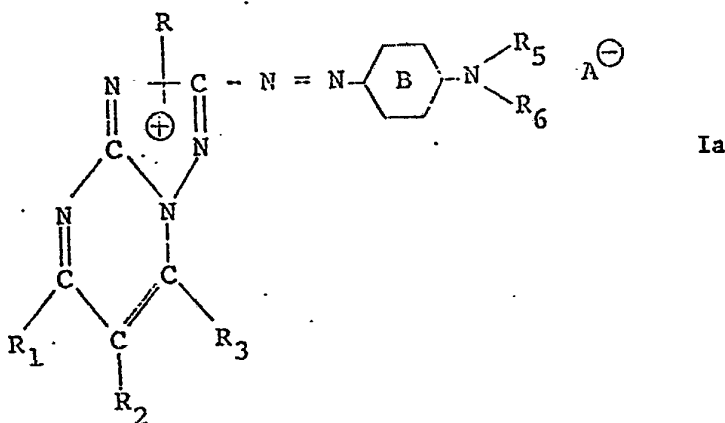
A^{\ominus} significa un radical capaz de ser convertido en un
 anión A^{\ominus} , tal como arriba definido.

411176.-



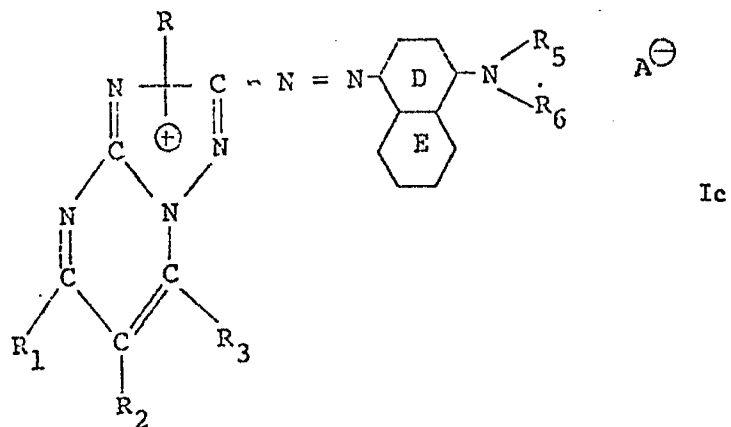
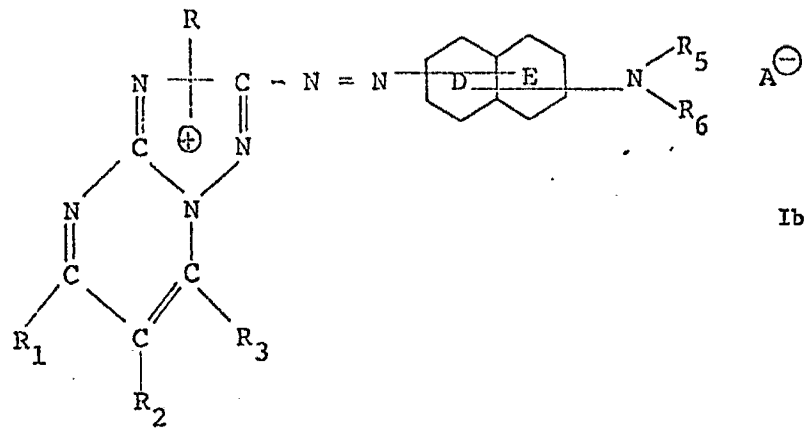
La reacción de cuaternización puede efectuarse de acuerdo con métodos normalmente usados, por ejemplo en un disolvente inerte o en una suspensión acuosa, o bien sin disolvente usando el agente de cuaternización en exceso, si necesario a temperatura alta y en caso de que se requiera, en un medio tamponado. Como agentes de cuaternización adecuados entran en consideración los haluros de alquilo, tales como los cloruros, bromuros, yoduros de metilo y de etilo, los alquilsulfatos, tales como dimetilsulfato, cloruro bencílico, hidrogenhaluros de amida del ácido acílico, por ejemplo, CH₂=CH-CO-NH₂/HCl, la amida del ácido cloroacético, los epóxidos tales como el etilenóxido, el propilenóxido y la epiclорhidrina.

Ejemplos representativos de los colorantes de la fórmula I son los que corresponden a las fórmulas Ia, Ib y Ic,



411176

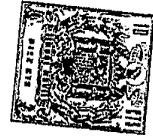
- 5 -



en la que R , R_1 , R_2 , R_3 y A^\ominus son tales como definidas más arriba,

R_5 y R_6 son independientes entre sí y significan, cada una, un radical alquilo sin sustituir o sustituido, conteniendo de 1 a 6 átomos de carbono, o un radical fenilo,

o R_5 y R_6 , junto con el átomo de nitrógeno al que están ligados, forman un radical heterocíclico saturado o

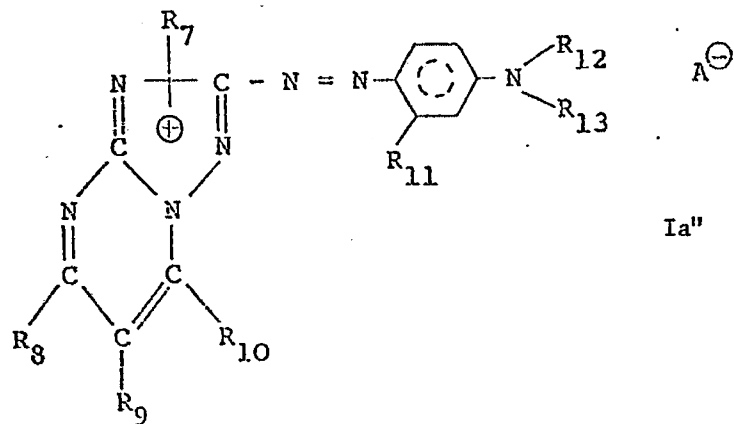
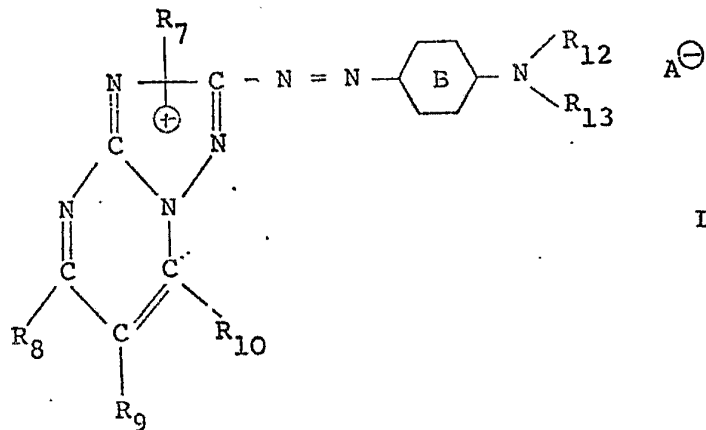


parcialmente saturado, de 5 o de 6 miembros, y los anillos B, D y E significan ciclos aromáticos sin sustituir o ciclos aromáticos sustituidos por grupos que no sean grupos catiónicos.

5 Cuando en los compuestos de la fórmula I, Ia, Ib y Ic los sustituyentes R, R₁, R₂ y R₃ significan radicales alquilo sustituidos o sin sustituir, éstos contienen preferiblemente de 1 a 6 átomos de carbono, y, en los casos en que R significa un radical alqueno sustituido o sin sustituir, éste contiene preferiblemente

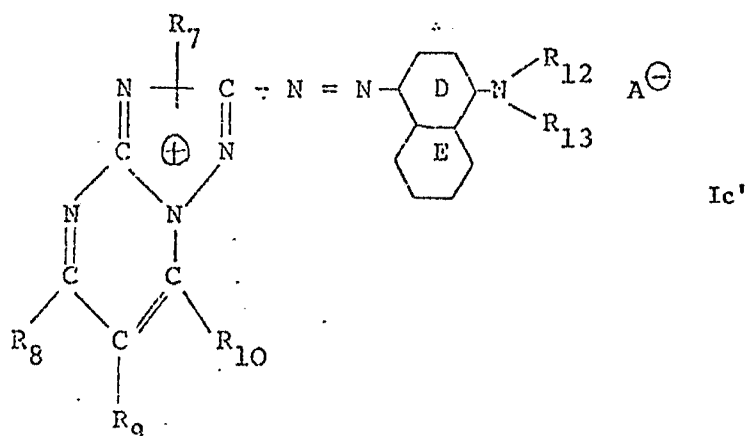
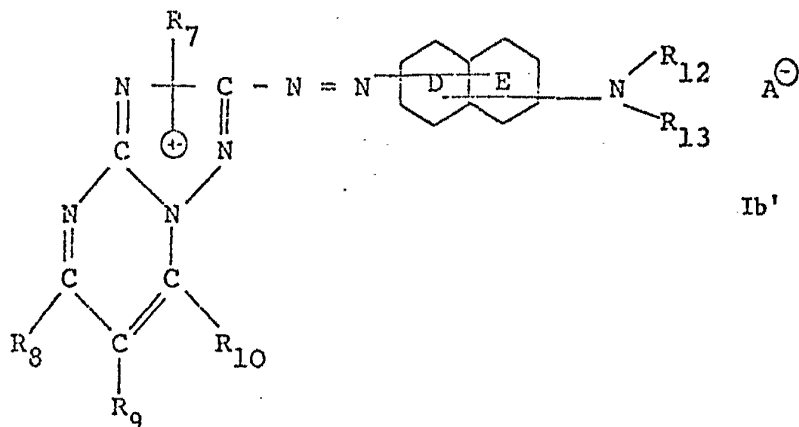
10 de hasta 6 átomos de carbono.

Entre los colorantes de la fórmula I más preferidos se incluyen los que corresponden a las fórmulas Ia', Ia'', Ib' y Ic',



411176

- 7 -



en la que R_7 significa un radical alquilo sin sustituir, conteniendo de 1 a 4 átomos de carbono, un radical alquilo de 1 a 4 átomos de carbono y sustituido por fenilo, hidroxilo o por un grupo carbamoilo, o bien un radical alquenilo de 1 a 4 átomos de carbono,

R_8 y R_{10} son independientes entre sí y significan, cada una, un átomo de hidrógeno, un radical alquilo o un radical alcoxi, conteniendo de 1 a 4 átomos de car-

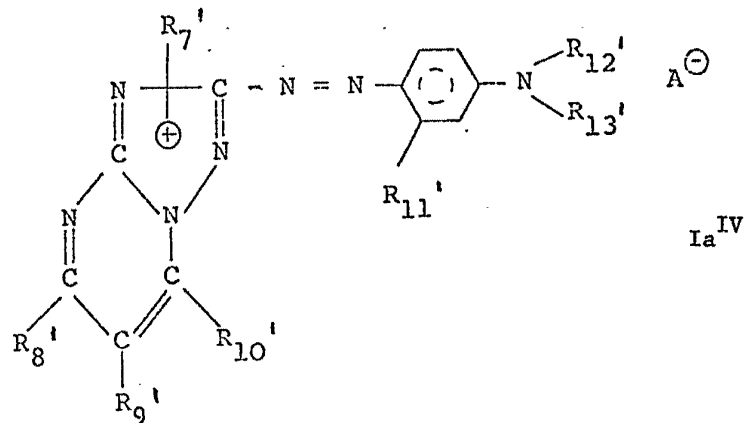
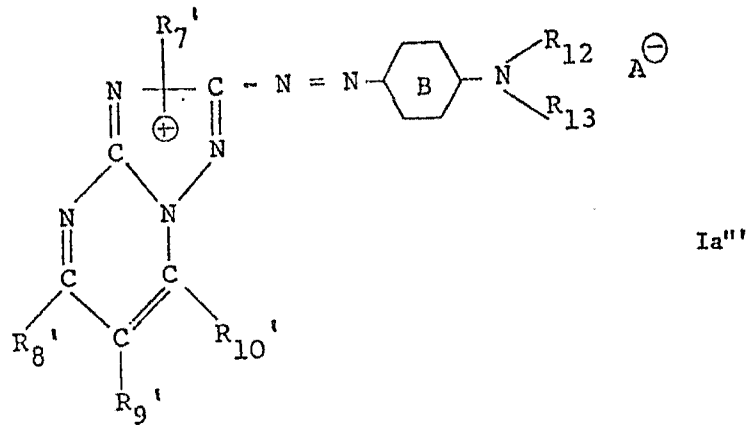


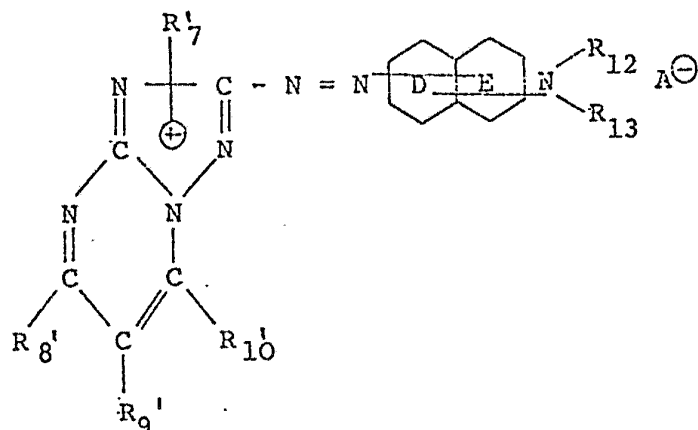
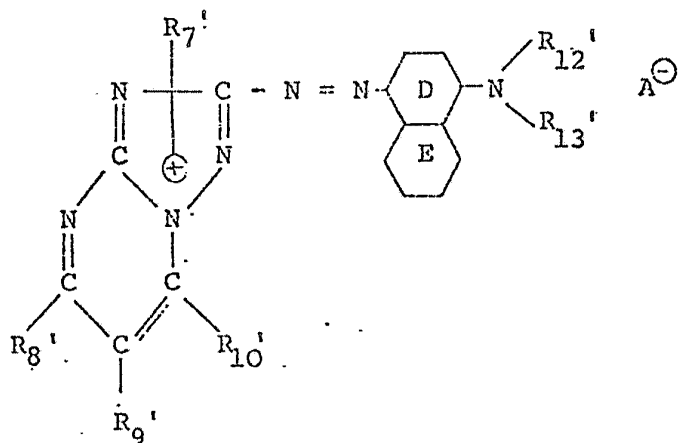
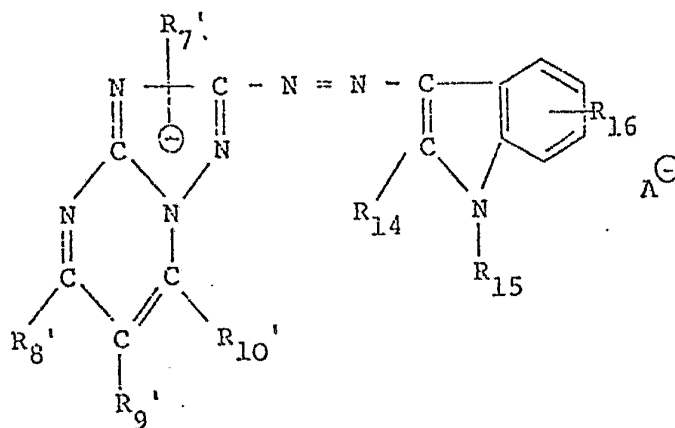
bono, un radical cicloalquilo, arilo o ariloxi,
un radical alquiltio conteniendo de 1 a 4 átomos
de carbono, un átomo de halógeno, un grupo hidroxilo
o un radical dialquilamino en el cual cada mi-
5 tad alquilo contiene de 1 a 4 átomos de carbono,
 R_9 significa un átomo de hidrógeno, un radical alquilo
conteniendo de 1 a 4 átomos de carbono, un radical
cicloalquilo o un radical arilo,
 R_{11} significa un átomo de hidrógeno, un átomo de haló-
10 geno, un radical alquilo o alcoxi conteniendo de
1 a 4 átomos de carbono,
 R_{12} y R_{13} son independientes entre sí y significan, cada una,
un átomo de hidrógeno, un radical alquilo sin sus-
tituir conteniendo de 1 a 4 átomos de carbono, un
15 radical arilo, un radical alquilo conteniendo de
1 a 4 átomos de carbono y sustituido por halógeno,
hidroxilo, halogenhidrina, un grupo ariloxi, un gru-
po alcoxi conteniendo de 1 a 4 átomos de carbono,
un grupo alcoxi conteniendo de 1 a 4 átomos de car-
20 bono y que está ulteriormente sustituido por un gru-
po ciano, ariloxi, un grupo N-fenil-carbamoiloxi,
un grupo N-dialquil-carbamoiloxi en el que cada
mitad alquilo contiene de 1 a 4 átomos de carbono,
un grupo ciano; o bien R_{12} y R_{13} , junto con el
25 átomo de nitrógeno, forman un radical heterocíclico,



por ejemplo, un radical morfolino, pirrolidinilo, piperacinilo, aziridinilo o piperidinilo, y los anillos B, D y E y A[⊖] son tales como definidos más arriba.

Los colorantes de la fórmula I los más preferidos, incluyen los colorantes que corresponden a las fórmulas Ia^{'''}, Ia^{IV}, Ib^{''}, Ic^{''} y Id,



 Ib''  Ic''  Id

411176

- 11 -



150-330

en la que R_7' significa un radical alquilo conteniendo de 1 a 4 átomos de carbono, un radical bencilo o un radical 2-carboxiamidoetilo,

5 R_8' y R_{10}' son independientes entre sí y significan, cada una, un átomo de hidrógeno, un radical alquilo, alcoxi o alquiltio, conteniendo de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo hidroxilo, un átomo de halógeno, un radical bencilo o fenilo o un grupo dialquilamino en el cual cada mitad alquilo contiene de 1 a 4 átomos de carbono,

10 R_9' significa un átomo de hidrógeno, un radical alquilo conteniendo de 1 a 4 átomos de carbono, o un radical fenilo,

15 R_{11}' significa un átomo de halógeno o un radical alquilo o alcoxi conteniendo de 1 a 4 átomos de carbono,

20 R_{12}' y R_{13}' son independientes entre sí y significan, cada una, un radical alquilo de 1 a 4 átomos de carbono, un radical bencilo, 2-hidroxietilo, 2-cloroetilo, 2-alcoxietilo, en los que la mitad alcoxi contiene de 1 a 4 átomos de carbono, 2-fenoxietilo, 2-acetoxietilo, 2-benciloxietilo, 2-cianoetilo, 2-dialquilcarbamoiloxietilo, en los que cada grupo alcoxi contiene de 1 a 4 átomos de carbono, o un radical fenilo; o bien R_{12}' y R_{13}' , junto con el átomo de nitrógeno al que están ligados, forman un

25



radical morfolino, pirrolidinilo, piperidinilo,
aziridinilo o piperacinilo,

R_{14} significa un radical alquilo de 1 a 4 átomos de
carbono, un radical fenilo o un radical bencilo,

5 R_{15} significa un átomo de hidrógeno o un radical alqui-
lo conteniendo de 1 a 4 átomos de carbono, y

R_{16} significa un átomo de hidrógeno, un átomo de haló-
geno o un radical alquilo o alcoxi conteniendo de
1 a 4 átomos de carbono, y

10 A^{\ominus} y los ciclos B, D y E son tales como definidos más arriba.

Entre los colorantes de la fórmula I particularmente pre-
feridos se incluyen los que corresponden a las fórmulas Ia, Ib, Ic
y Id, en donde

15 R_7 , o, en el caso de la fórmula Id, R_7' , significa
metilo, etilo, 2-amidoetilo o 2-hidroxiopropilo,

R_2 , o, en el caso de la fórmula Id, R_9 , significa hi-
drógeno,

20 R_1 y R_3 , o, en el caso de la fórmula Id, R_8' y R_{10}' , son
independientes entre sí y significan, cada una,
un radical etilo o metilo.

El anión A^{\ominus} puede ser un ion orgánico o inorgánico, por
ejemplo, un ion halógeno, tal como el ion cloruro, bromuro o yoduro,
o bien el ion sulfato, disulfato, metilsulfato, aminosulfonato, per-
clorato, carbonato, bicarbonato, fosfato, molibdato de fósforo,
25 tungstato de fósforo, tungsteno-molibdato de fósforo, bencenosulfo-

411173

- 13 -

411176



nato, naftalenosulfonato, 4-clorobencenosulfonato, oxalato, maleato, acetato, propionato, lactato, succinato, cloroacetato, tartrato, malato, metanosulfonato o benzoato, o bien un anión complejo, tal como el anión de las sales dobles del cloruro de cinc.

5 Entre los aniones preferidos se incluyen el aminosulfonato, el $ZnCl_3^{\ominus}$ y el metilsulfato.

En los compuestos de la fórmula I el anión A^{\ominus} puede intercambiarse de manera convencional, por ejemplo, con ayuda de un intercambiador de iones o mediante reacción con sales o ácidos adecuados, pasando, si necesario, por más de una etapa, por ejemplo, a través del hidróxido o del bicarbonato.

Por "halógeno" se ha de entender, en cada caso, bromo, flúor, yodo o, en particular, cloro.

Por "radical arilo" se entiende un radical fenilo, bifenilo o naftilo sin sustituir o sustituidos.

Como ejemplos de componentes de copulación representados por R_4 , pueden citarse los radicales de las series aromáticas, por ejemplo, de las series bencénicas o naftalénicas, que llevan un sustituyente que permite la copulación, por ejemplo aminobencenos o hidroxibencenos, aminonaftalenos o hidroxinaftalenos; los radicales de las series heterocíclicas, tales como las series de pirrazolona, aminopirrazol, carbazol o ácido barbitúrico; o radicales de las series alifáticas, por ejemplo, las series alcano, alqueno o alquino que tienen un grupo de copulación metileno, por ejemplo, las aril-
20 amidas del ácido acilacético, las alquilamidas del ácido acilacético,
25



los derivados del ácido malónico y los derivados de nitrilo del ácido malónico.

En los compuestos de la fórmula I, cualquiera de los radicales de carácter aromático, tales como los ciclos B y/o D y/o E y los radicales heterocíclicos pueden llevar sustituyentes, particularmente sustituyentes no solubilizantes en agua, por ejemplo, átomos de halógeno, grupos nitro, amino, ciano, tiociano, hidroxilo, alquilo, alcoxi, trifluoroalquilo, tricloroalquilo, fenilo, feniloxi, alquilamino, dialquilamino, acilo, aciloxi, acilamino, por ejemplo grupos uretano, alquilsulfonilo, arilsulfonilo, sulfonamida, alquilsulfonamida, dialquilsulfonamida o arilsulfonamida; arilazo, por ejemplo, fenilazo, difenilazo y naftilazo.

Los compuestos de la fórmula I se pueden transformar en preparaciones de teñido, por ejemplo, en preparaciones de teñido estables, líquidas o sólidas, de acuerdo con métodos conocidos, por ejemplo, moliéndolos o granulándolos, o disolviéndolos en disolventes adecuados, si necesario con adición de un agente auxiliar, por ejemplo, un agente estabilizador.

Un método de producción para tales preparaciones de colorantes está descrito en las Patentes Francesas Nrs. 1,572,030 y 1,581,900.

Los compuestos de la fórmula II o son conocidos o pueden producirse de acuerdo con métodos conocidos.

Los compuestos de la fórmula I tienen utilidad para el teñido y la estampación de homopolímeros y de copolímeros de acril-

411176

- 15 -



150-3364

nitriilo y de dicianoetileno asimétrico en forma de fibra suelta, de hilo o de textiles. Los colorantes son útiles asimismo para el teñido y la estampación de fibras de poliamida y de poliéster sintéticas, modificadas por la introducción de grupos ácido. Poliamidas de esta clase están descritas en la Patente Belga Nr. 706,104. Las fibras de poliéster correspondientes están descritas en la Patente Estadounidense Nr. 3,379,723. Los compuestos también son útiles para la pigmentación de masas de materias sintéticas y para el teñido de cuero y de papel.

10 Conviene efectuar el teñido desde un medio neutro o ácido a una temperatura comprendida entre 60°C y el punto de ebullición, o bien a una temperatura superior a los 100°C con presión.

15 Los teñidos obtenidos son iguales y tienen buenas propiedades de solidez a la luz y al mojado, por ejemplo, solidez al lavado, al sudor, al sublimado, al planchado, al decantizado, al prensado, al vapor, al agua, al agua de mar, a la limpieza en seco, al sobreteñido y a los disolventes. Los colorantes obtenidos de acuerdo con la invención son solubles en agua, compatibles con la sal, tienen excelente estabilidad a la ebullición, tienen buena estabilidad al pH y buena capacidad de subir. Los compuestos reservan perfectamente bien ciertas fibras diferentes a las teñibles por ellos.

20 Los compuestos, que tienen una buena solubilidad en disolventes orgánicos, son adecuados para la pigmentación de resinas naturales y sintéticas y de materiales de polímeros sintéticos, en presencia o en ausencia de disolventes.

25

411176

- 16 -



50-3364

Se ha descubierto que se obtienen buenos resultados con utilizar mezclas de dos o más de los compuestos de la fórmula I o bien mezclas de éstos con otros colorantes catiónicos.

5 Los Ejemplos siguientes tienen el objeto de ilustrar más detalladamente la presente invención. Las partes y porcentajes indicados en dichos Ejemplos se entienden en peso y las temperaturas se indican en grados centígrados, a menos que se den otras indicaciones.

EJEMPLO 1:

10 Se agregan por gotas, a 25 °, 16,3 partes (0,1 mol) de 2-amino-5,7-dimetil-s-triazolo-[2,3-a]-pirimidina a 120 partes de ácido clorhídrico al 30%, en el cual entran completamente en solución. Después de la adición de 100 partes de hielo, a la suspensión del amino-clorhidrato se le agregan por gotas, a -5-0°, 32 partes de una solución 4 normal de nitrito de sodio. En esta temperatura, se
15 gotea inmediatamente la solución diazoica de color amarillo en una solución que consiste de 15 partes de dietil-anilina, 60 partes de ácido acético glacial y 45 partes de ácido aminosulfónico. Se ajusta el pH a 4-5 por adición de una solución al 30% de hidróxido de sodio, el colorante cristalino se filtra con succión, se lo lava con agua
20 hasta quedar libre de la sal, y se lo seca a 50° bajo presión reducida.

21 partes del colorante preparado de este modo se disuelven en 600 partes de cloroformo, y a la solución se le agregan 85 partes de dimetilsulfato y 4,2 partes de óxido de magnesio. Se calienta la

411176

- 17 -



150-3364

mezcla hasta ebullición en el transcurso de 30 minutos, luego se la
enfria hasta 25° y se la agita durante 3 horas. Después de diluir
con 1200 partes de ciclohexano y de decantar la mezcla de disolven-
tes, el colorante, que permanece como residuo, se agrega a 600 partes
5 de alcohol metílico, se filtra y se libera del disolvente bajo pre-
sión reducida. Se disuelve el colorante en 800 partes de agua a 60°
con adición de 1 parte de ácido acético glacial, la solución se en-
fria hasta 25° y se le agregan 160 partes de yoduro de potasio a
25°. El colorante cristalino se filtra con succión, se lava y se se-
ca a 50° bajo presión reducida.
10

Ejemplo de aplicación A

Se muele en un molino durante 4 horas una mezcla de 20 par-
tes de la sal del colorante producido de acuerdo con el Ejemplo 1
y 80 partes de dextrina. Se puede obtener el mismo colorante median-
15 te dispersión en 100 partes de agua y subsiguiente secado por pulve-
rización. Se forma una pasta con 1 parte de la mezcla citada y 1 par-
te de ácido acético al 40%. Sobre la pasta se vierten 200 partes de
agua desmineralizada y se le agregan 2 partes de ácido acético gla-
cial. En el baño se introducen, a 60°, 100 partes de un género de
20 poliacrilonitrilo. Dicho género puede tratarse previamente durante
10 a 15 minutos a 60° con un baño de 8000 partes de agua conteniendo
2 partes de ácido acético glacial. Se calienta el baño de tintura has-
ta 98-100° en el transcurso de 30 minutos y luego se lo mantiene en
ebullición durante 1 hora y media. A continuación se recoge el géne-
ro y se lo enjuaga. Se obtiene un teñido de color rojo tirando a azul
25



con buenas propiedades de solidez a la luz y al mojado.

Se disuelven 10 partes del colorante de acetato, producido según el método descrito en el Ejemplo, en 60 partes de ácido acético glacial y 30 partes de agua. Se obtiene una solución concentrada, estable, con un contenido de colorante de 10% aproximadamente, la que puede utilizarse de acuerdo con el método arriba descrito para el teñido de fibras de poliacrilonitrilo.

Ejemplo de aplicación B

En un molino de bolas se muele durante 48 horas una mezcla de 20 partes del colorante producido de acuerdo con el Ejemplo 1 y 80 partes de dextrina. Con 1 parte de la mezcla resultante y 1 parte de ácido acético al 40% se forma una pasta, sobre la cual se vierte agua desmineralizada, dejandola hervir durante poco tiempo. La citada solución madre se utiliza para el teñido de acuerdo con el método siguiente:

- 15 a) Se diluye la citada solución con 700 partes de agua desmineralizada, y se le agregan 21 partes de sulfato de sodio calcinado, 14 partes de sulfato de amonio, 14 partes de ácido fórmico y 15 partes de un soporte basado en los productos de reacción de etilenóxido con diclorofenol. En el baño se introducen, a 60°, 20 100 partes de un género de fibra de poliéster modificado por la introducción de grupos ácido. Se puede tratar previamente el género durante 10 a 15 minutos a 60° en un baño de 8000 partes de agua conteniendo 2 partes de ácido acético glacial. Se calienta el baño de tintura hasta 98-100° en el transcurso de 30 mi-

411176

- 19 -



150-3364

nutos y se lo mantiene en ebullición durante 1 hora. Después de recoger el género del baño se lo enjuaga. Se obtiene un teñido igual de color rojo tirando a azul con buenas propiedades de solidez al mojado.

- 5 b) La solución arriba citada se diluye con 3000 partes de agua des-
mineralizada, y luego se le agregan 18 partes de sulfato de so-
dio calcinado, 6 partes de sulfato de amonio y 6 partes de áci-
do fórmico. En el baño, en un recipiente cerrado, se introducen,
a 60°, 100 partes de un género de fibra de poliéster modificado
10 por la introducción de grupos ácido. Se calienta el baño hasta
100° durante 45 minutos y se lo mantiene en esta temperatura
durante 1 hora con agitación y circulación del líquido. A con-
tinuación se enfría el baño hasta 60° durante un período de 25
minutos y luego se enjuaga el género. Se obtiene un teñido de
15 color rojo tirando a azul con buenas propiedades de solidez al
mojado.
- c) Se tiñe en un recipiente cerrado durante 1 hora a 120° de acuer-
do con el método descrito en b).

20 La Tabla siguiente muestra la composición estructural de
ulteriores colorantes que pueden producirse de acuerdo con el proce-
so descrito en el Ejemplo 1; los símbolos R y R₁ a R₄ tienen los
significados indicados en las columnas respectivas. El anión A[⊖]
puede ser uno cualquiera de los indicados anteriormente.

411176

- 20 -



150-3364

T A B L A

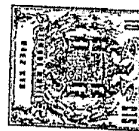
Ejemp. No.	R ₁	R ₂	R ₃	R	R ₄	Tonalidad de teñido sobre fibra de poliacrilonitrilo
2	-CH ₃	H	-CH ₃	-CH ₃		rojo tirando a azul
3	do	H	do	do		violeta tirando a rojo
4	do	H	do	do		rojo tirando a azul
5	do	H	do	do		do.
6	do	H	do	do		do
7	do	H	do	do		do.
8	do	H	do	do		do.
9	do	H	do	do		do.
10	do	H	do	do		do.

411176



T A B L A

Ejemp. No.	R ₁	R ₂	R ₃	R	R ₄	Tonalidad de teñido sobre fibra de poliacrilonitrilo
11	-CH ₃	H	-CH ₃	-CH ₃		rojo tirando a azul
12	do	H	do	do		violeta tirando a rojo
13	do	H	do	do		rojo
14	do	H	do	do		do.
15	do	H	do	do		rojo tirando a azul
16	do	H	do	do		violeta tirando a rojo
17	do	H	do	do		rojo tirando a azul
18	do	H	do	do		escarlata
19	do	H	do	do		do.
20	do	H	do	do		violeta tirando a azul



T A B L A

Ejemp. No.	R ₁	R ₂	R ₃	R	R ₄	Tonalidad de teñido sobre fibra de poliacrilonitrilo
21	-CH ₃	H	-CH ₃	-CH ₃		violeta tirando a azul
22	do	H	do	do		marrón tirando a rojo
23	do	H	do	do		amarillo tirando a rojo
24	do	H	do	do		do.
25	do	H	do	do		amarillo
26	do	H	do	do		naranja
27	do	H	do	do		do.
28	do	H		do		rojo tirando a marrón
29		H	-CH ₃	do	do	do.



T A B L A

Ejemp. No.	R ₁	R ₂	R ₃	R	R ₄	Tonalidad de teñido sobre fibra de poliacrilonitrilo
30		H		-CH ₃	-N(C ₂ H ₅) ₂	rubí
31		H		do	do	do.
32	H	H	H	do	do	do.
33	-CH ₃	H	-OCH ₃	do	do	do.
34	do	H	-O-	do	do	do.
35	HO-	H	-CH ₃	do	do	do.
36	-Cl	H	-do	do	do	do.
37	-CH ₃	H	-Cl	do	do	do.
38	CH ₃ O-	H	-CH ₃	do	do	do.
39		H	do	do	do	do.
40	$(C_2H_5)_2NH-$	H	$(C_2H_5)_2N-$	do	do	do.
41	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	do	do	do.
42	do		CH ₃	do	do	do.
43	-CH ₃		-CH ₃	do	do	do.
44	-CH ₃	H	-CH ₃	-C ₂ H ₅	do	do.
45	do	H	do	-CH ₂ -	do	do.
46	do	H	do	-CH ₂ -CONH ₂	do	do.
47	do	H	do	-C ₂ H ₄ CONH ₂	do	do.
48	do	H	do	-CH ₂ CH ₂ OH	do	do.

411176

- 24 -



150-3364

T A B L A

Ejemp. No.	R ₁	R ₂	R ₃	R	R ₄	Tonalidad de teñido sobre fibra de poliacrilonitrilo
49	-CH ₃	H		$\text{-CH}_2\text{-CH(OH)-N(C}_2\text{H}_5)_2$ CH ₃		rubí
50	do.	H	do.	$\text{-CH}_2\text{-CH=CH}_2$	do.	do.
51	CH ₃ S-	H	CH ₃ S	-CH ₃	do.	do.
52	-CH ₃	H	-CH ₃	do.		amarillo
53	do.	H	do.	do.	$\text{CH}_3\text{-C(=O)-CH-CO-NH-}$ O	do.
54	do.	H	do.	do.		do.
55	do.	H	do.	do.	-CH-C(=O)-N-CH_3 C(=O)-N-CH ₃	do.
56	do.	H	do.	do.		do.
57	do.	H	do.	do.	-CH(CN)-C(=O)-NH- O	do.
58	do.	H	do.	do.		rojo tirando a azul
59	do.	H	do.	do.		do.

411176



T A B L A

Ejemp. No.	R ₁	R ₂	R ₃	R	R ₄	Tonalidad de teñido sobre fibra de poliacrilonitrilo
60	-CH ₃	H	-CH ₃	-CH ₃		rojo tirando a azul
61	do.	H	do.	do.		do.
62	do.	H	do.	do.		do.
63	do.	H	do.	do.		do.
64	do.	H	do.	do.		do.
65	do.	H	do.	do.		do.
66	do.	H	do.	do.		do.
67	do.	H	do.	do.		rojo

411170



T A B L A

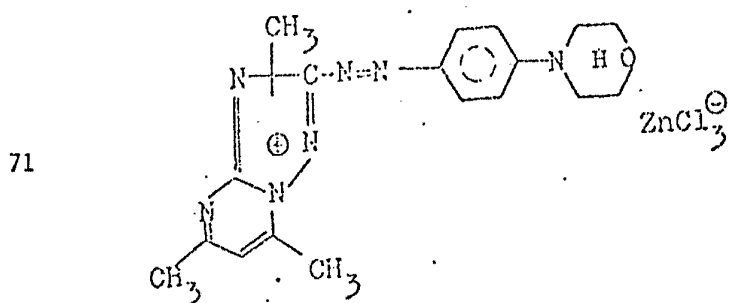
Ejemp. No.	R ₁	R ₂	R ₃	R	R ₄	Tonalidad de teñi- do sobre fibra de poliacrilonitrilo
68	do.	H	do.	do.		amarillo tirando a rojo
69	do.	H	do.	do.		do.
70	do.	H	do.	do.		rojo



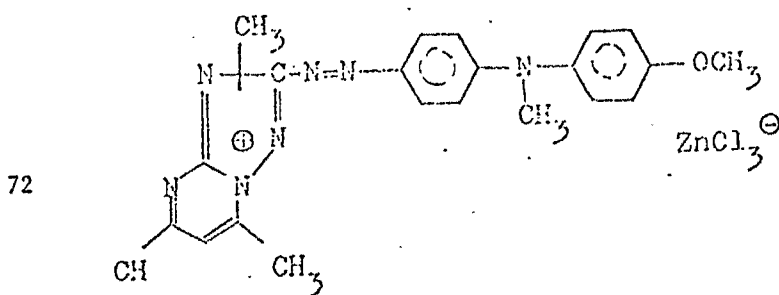
De acuerdo con el proceso descrito en el Ejemplo 1, se pueden producir ulteriores colorantes que corresponden a las fórmulas siguientes:

Ejemp. No.

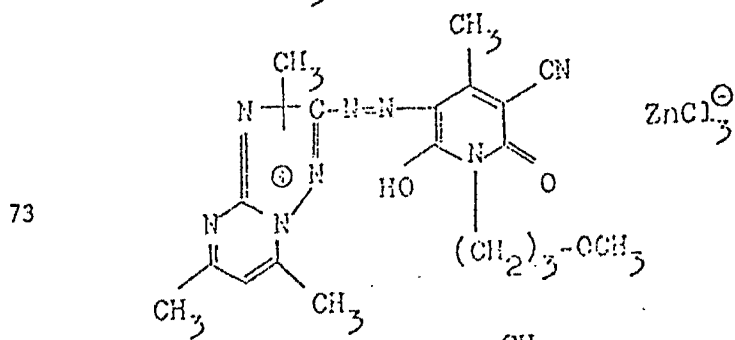
Tonalidad de teñido sobre fibra de poliacrilonitrilo



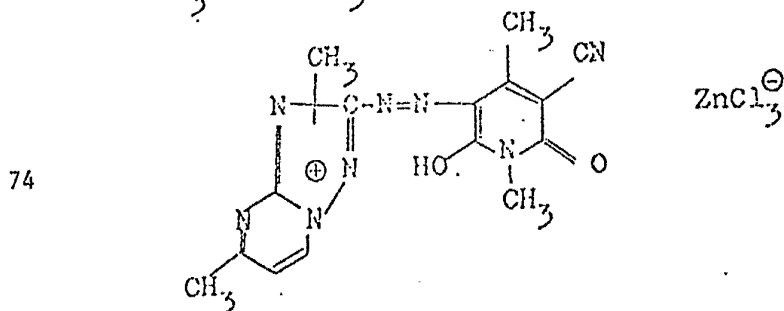
rubí



azul



amarillo tirando a rojo

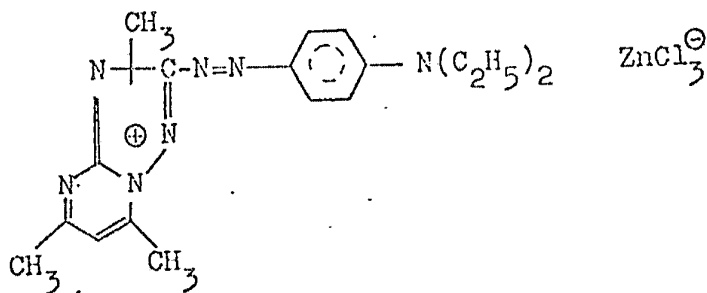


amarillo tirando a rojo

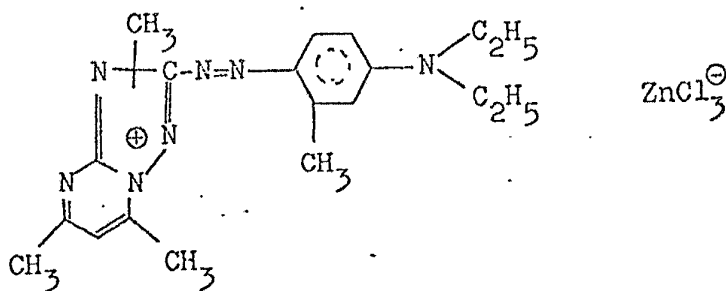


Colorantes representativos, producidos según los Ejemplos precedentes, que corresponden a las fórmulas:

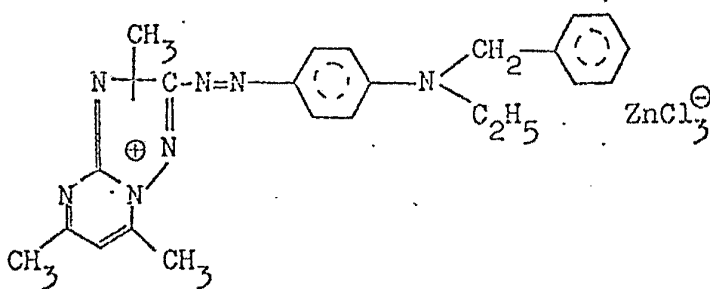
EJEMPLO 1:



EJEMPLO 3:



EJEMPLO 5:



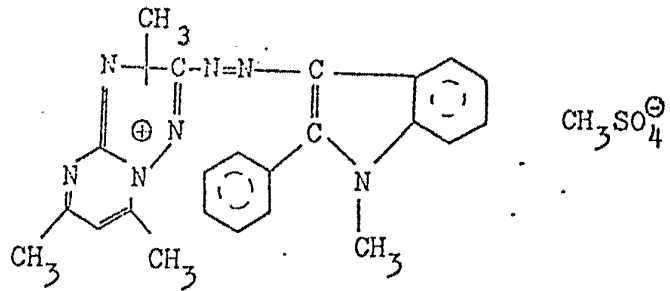
411176

- 29 -

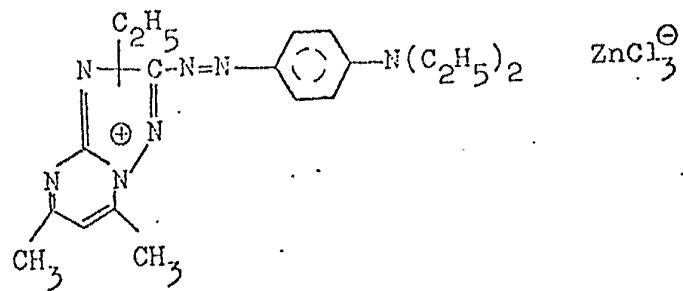


150-3364

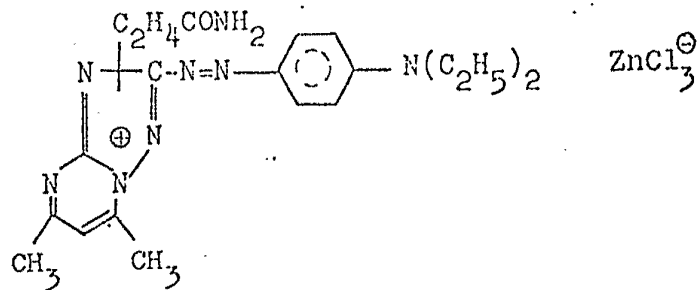
EJEMPLO 23:



EJEMPLO 44:



EJEMPLO 47:





41176 - 30 -

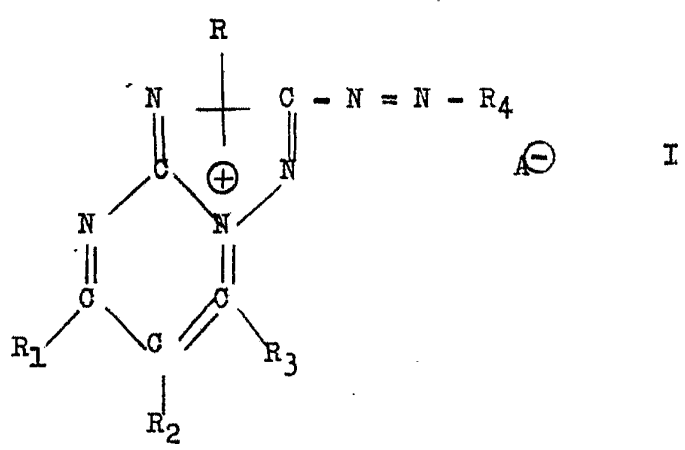
41176

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente

- 5. indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuento no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Suiza, en 3 de febrero de 1972, bajo el nº 1607/72, y 10 de marzo de 1972 con el nº 3559/72, 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 solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COLORANTES AZOICOS BASICOS", caracterizándose por lo siguiente:
- 10.
- 15.

1ª.- Procedimiento para la producción de colorantes azoicos básicos, de fórmula I,

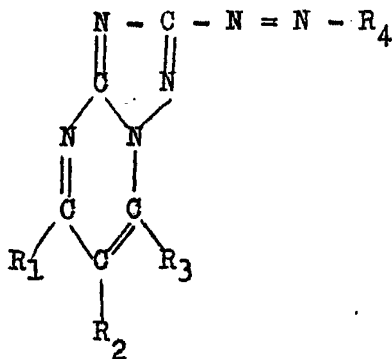


Q

411176



- en la que R significa un radical alquilo o alqueniilo sin -
sustituir o sustituidos, conteniendo de hasta 18 átomos de
carbono, R_1 y R_3 son independientes entre sí y significan,
cada una, un átomo de hidrógeno, un grupo hidroxilo, un
5. átomo de halógeno, un radical alquilo, arilo, cicloalqui-
lo, alcoxi o ariloxi sin sustituir o sustituidos, un grupo
amino, sin sustituir o sustituido, o un radical alquiltio,
siendo que el grupo alquilo contiene de 1 a 18 átomos de
carbono, el radical cicloalquilo contiene de 5 a 7 átomos
10. de carbono, el radical alcoxi contiene de 1 a 6 átomos de
carbono y el radical alquiltio contiene de 1 a 6 átomos de
carbono, R_2 significa un átomo de hidrógeno, un radical al-
quilo, arilo o cicloalquilo sin sustituir o sustituidos, -
siendo que el radical alquilo contiene de 1 a 18 átomos de
carbono y el radical cicloalquilo contiene de 5 a 7 áto-
15. mos de carbono, R_4 significa un radical de un componente
de copulación de las series bencénicas, naftalénicas o
heterocíclicas o un radical de un componente de copula-
ción de las series alifáticas, A^- significa un anión or-
gánico o inorgánico, caracterizado porque se cuaterniza
20. un compuesto de fórmula II,



II

C



411176

en la que R_1 , R_2 , R_3 y R_4 se definen como anteriormente, utilizando un compuesto de fórmula III,

R - A (III)

5. en la que R se define como anteriormente y A significa un radical capaz de ser convertido en un anión A^- .

2^a.- Procedimiento para la producción de colorantes azoicos básicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

10. Esta Memoria consta de treinta y dos hojas, escritas a máquina por una sola cara.

24 JUN. 1975

Madrid,

SANDOZ, A.G.

L. GOMEZ ACEBO Y MODET

p. p. Firmado: L. Góme Fernández

Ar