

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO 430.644	(10) A1
	(21) FECHA DE PRESENTACION 3.10.74.	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO 14255/73	(32) FECHA 5 de octubre de 1.973	(33) PAIS SUIZA
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL C09B//C09D; D06P	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
(64) TITULO DE LA INVENCION PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COMPUESTOS AZOICOS		
(71) SOLICITANTE (S) SANDOZ, A.G.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE Basilea, Suiza.		
(72) INVENTOR (ES) Bansi Lal Kaul		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE GOMEZ-ACEBO		

PATENTE DE INVENCION

Case 150-3538

3700/RA/HP

430644

Memoria Descriptiva

sobre:

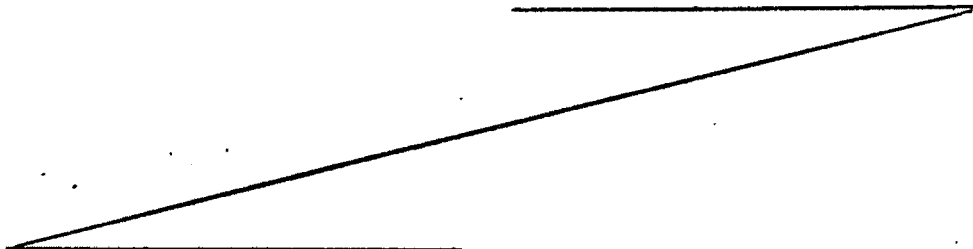
PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COMPUESTOS
AZÓICOS.

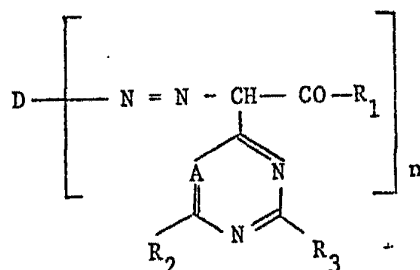
=====

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

=====

La presente invención se refiere a
un procedimiento para preparar compuestos azoicos, que
corresponden a la fórmula I,





en la que R_1 significa un grupo de fórmula $-NH_2$, $-NH-R_4$ ó $-O-R_4$,

en donde R_4 significa un radical alquilo (C_1-C_8),

un radical cicloalquilo (C_5-C_8), un

radical fenilo, naftilo o hetero-

cíclico de carácter aromático sin

sustituir, o un radical fenilo,

naftilo o heterocíclico de carác-

ter aromático que pueden ser sus-

tituídos por tres sustituyentes

como máximo; dichos sustituyentes

se eligen a su vez entre un máximo

de dos sustituyentes que pueden ser

cloro, bromo, alquilo (C_1-C_8) o al-

coxi (C_1-C_8), y un máximo de un sus-

tituyente que se elige entre trifluoro-

metilo, sulfoguanidina, nitro y ciano;

o significa un grupo de fórmula

5

10

15

$-\text{CO}-\text{NH}-\text{R}_5-$ o de fórmula $-\text{SO}_2-\text{NH}-\text{R}_5-$,

en donde R_5 significa un radical alquilo (C_1-C_8), cicloalquilo (C_5-C_8), un radical fenilo o naftilo sin sustituir o un radical fenilo o naftilo sustituidos por un máximo de tres sustituyentes que, a su vez, se eligen entre un máximo de dos átomos de halógeno, radicales alquilo (C_1-C_8) y alcoxi (C_1-C_8), y/o un grupo trifluorometilo, nitro, ciano, fenilaminocarbonilo o sulfonilo,

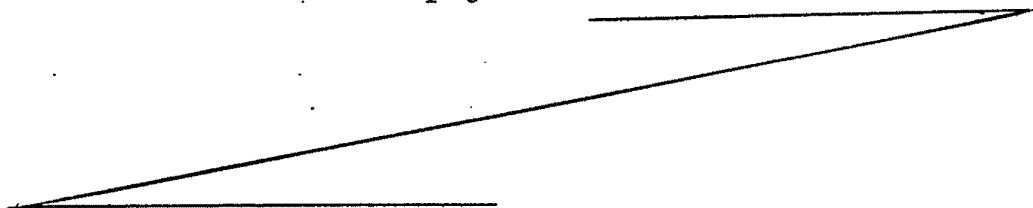
5

10

15

R_2 y R_3 , que pueden ser iguales o diferentes, significan, cada una independientemente, un átomo de hidrógeno, un grupo hidroxilo, alcoxi (C_1-C_8), amino, cicloalquilamino (C_1-C_8), alquilamino (C_1-C_8), dialquilamino (C_1-C_8), fenilamino o naftilamino,

20



o un grupo N-fenil-N-alquilamino (C₁-C₈),

A significa un átomo de nitrógeno o un grupo de fórmula $\begin{matrix} \text{=} \\ \text{>} \end{matrix} \text{C-R}_6$,

en donde R₆ significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un radical alquilo (C₁-C₈),

n significa 1, y

D significa el radical del componente de diazo,

o bien n significa 2, y

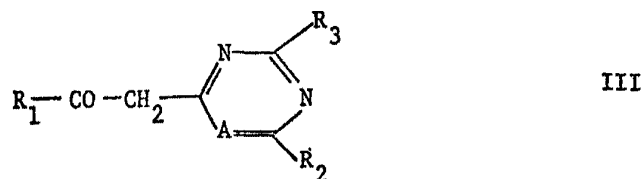
D significa el radical de un componente de tetrazo,

quedando la molécula libre de grupos ácido sulfónico.

La presente invención proporciona asimismo un procedimiento para la producción de compuestos de fórmula I, tal como definida más arriba, caracterizándose por el hecho de que se copula la amina diazotada o tetrazotada de fórmula II,



en la que D y n son tales como definidas más arriba, con un compuesto de fórmula III,



en la que R_1 , R_2 , R_3 y A son tales como definidas más arriba, preferiblemente en una relación molar de 1:1 (si $n = 1$) o de 1:2 (si $n = 2$).

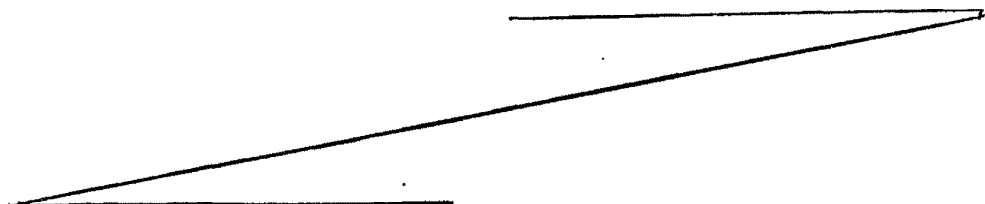
5 La reacción de copulación se lleva a cabo de acuerdo con métodos conocidos. Conviene disolver el compuesto de fórmula III en un disolvente orgánico, por ejemplo dimetilformamida, o suspenderlo en agua, y dejarlo reaccionar en ello.

10 Si, en los compuestos de fórmula I, R_1 significa un radical de fórmula $-NH-R_4$ ó $-O-R_4$, en donde R_4 significa un radical heterocíclico de carácter aromático sin sustituir o sustituido, dicho radical heterocíclico es convenientemente un anillo de 5 o 6 miembros que contiene uno o dos heteroátomos que pueden ser iguales o diferentes, y son seleccionados entre nitrógeno y azufre; además, el anillo heterocíclico puede estar fusionado con un ciclo carboxí-

15 lico, por ejemplo un ciclo bencénico. Entre los radicales heterocíclicos apropiados para R_4 se incluyen los radicales ftalimidilo, ftalazinilo, quinoxalonilo, quinoxalinilo, quinoxalin-2,3-dionilo, benzimidazonilo, 2-, 3-, ó 4-piridilo, 2- ó 3-tienilo o 2-tiazolilo. De entre dichos radicales se prefiere el radical benzimidazonilo.

20 En los compuestos de fórmula I, el componente de diazo o de tetrazo representado por D, puede ser uno cualquiera de los radicales que se suelen utilizar en la química de los pigmentos azoicos, por ejemplo los radicales de las series del fenilo, naftilo, quinoli-

25 núcleos aromáticos son sin sustituir o están sustituidos por un to-



tal de tres sustituyentes como máximo, siendo que de hasta tres sustituyentes se seleccionan entre átomos de flúor, de cloro y de bromo, de grupos alquilo (C_1-C_8) y alcoxi (C_1-C_8), de hasta dos sustituyentes se seleccionan entre grupos ciano, nitro, alcoxicarbonilo (C_1-C_8) y alquilsulfonilo (C_1-C_8) y un sustituyente se selecciona de entre grupos trifluorometilo, aminocarbonilo, aminosulfonilo, alquilaminocarbonilo (C_1-C_8), alquilaminosulfonilo (C_1-C_8), dialquilaminocarbonilo (C_1-C_8), dialquilaminosulfonilo (C_1-C_8), fenilaminocarbonilo, sulfoguanidina, benzoilamino, fenilazo y fenoxicarbonilo, siendo en los citados grupos los núcleos fenílicos sin sustituir o sustituidos por un átomo de cloro o de bromo o por un grupo alquilo (C_1-C_8), trifluorometilo, ciano, nitro, aminocarbonilo, alcoxicarbonilo (C_1-C_8) o alquilaminocarbonilo (C_1-C_4).

Si $n = 2$, un componente de tetrazo preferido es el radical 4,4'-difenileno sustituido por 1 a 4 sustituyentes seleccionados entre el grupo que consta de átomos de cloro y de bromo, de grupos nitro, ciano, metilo o alcoxi (C_1-C_8).

En los compuestos de fórmula I, según definida más arriba, el radical cicloalquilo preferido es el ciclohexilo. Los radicales alquilo y alcoxi preferidos son los que contienen 1, 2, 3 ó 4 átomos de carbono.

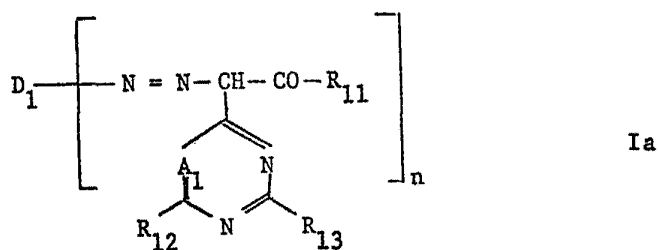
Si $n = 1$, D significa preferiblemente un radical fenilo con un total de tres sustituyentes como máximo; dichos sustituyentes se seleccionan entre un máximo de tres átomos de cloro o de bromo, un máximo de dos grupos alcoxicarbonilo (C_1-C_4), nitro, ciano o

alquilsulfonilo (C_1-C_4) y un radical aminocarbonilo, aminosulfonilo, alquilaminocarbonilo (C_1-C_4), alquilaminosulfonilo (C_1-C_4), dialquilaminocarbonilo (C_1-C_4), dialquilaminosulfonilo (C_1-C_4) o fenilaminocarbonilo; o bien D significa un radical α - ó β -(preferiblemente α)-
5 antraquinonilo o benzimidazolono-5.

Si $n = 2$, D se deriva preferiblemente de una benzimididina sustituida una o dos veces por cloro, bromo, nitro, ciano, metilo, metoxi o etoxi.

Se prefiere que R_1 sea un radical fenilamino que es sin
10 sustituir o está sustituido por un total de hasta tres sustituyentes que se eligen entre un máximo de dos átomos de cloro o de bromo, grupos alquilo (C_1-C_4) o alcoxi (C_1-C_4) y/o un radical trifluorometilo, sulfoguanidina, nitro o ciano; o bien R_1 significa un radical naftilamino, un radical etoxi o un radical metoxi, en particular un radical etoxi o metoxi, y, más particularmente aún, un radical
15 fenilamino sin sustituir o sustituido.

Un grupo preferido de los compuestos de fórmula I son los compuestos que corresponden a la fórmula Ia,



5 en la que R_{11} significa un radical fenilamino, naftilamino, metoxi o etoxi sin sustituir o bien un radical fenilamino sustituido por hasta tres sustituyentes seleccionados entre el grupo que consta de cloro, de bromo, de metilo y de metoxi, (dos de cada uno como máximo),

10 R_{12} y R_{13} , que pueden ser iguales o diferentes, significan, cada una independientemente, un grupo amino, dimetilamino, dietilamino o, de preferencia, un grupo hidroxilo,

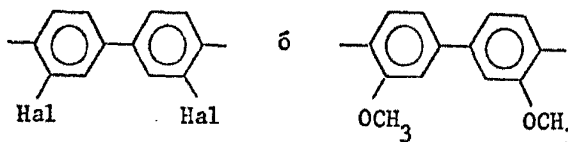
A_1 significa un grupo de fórmula $\geq CH$ ó $\geq C-Cl$ o, de preferencia, un átomo de nitrógeno, y

n significa 1, y

15 D_1 significa un radical fenilo sustituido por dos sustituyentes como máximo, seleccionándose dichos sustituyentes entre cloro, bromo, metoxicarbonilo y etoxicarbonilo; o bien D_1 significa un radical benzimidazolono-5 o un radical α -antraquinono,

20 o bien n significa 2, y

D_1 significa un radical de fórmula

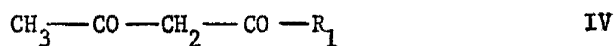


en donde Hal significa cloro o bromo.

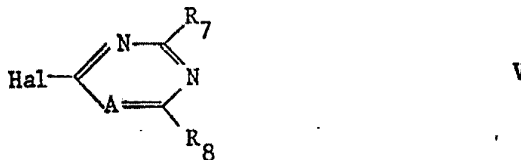
De entre los compuestos de fórmula Ia se prefieren aquellos en los que

- 5 R_{11} significa un radical fenilamino sin sustituir o un radical fenilamino sustituido por hasta tres sustituyentes seleccionados entre un átomo de cloro y/o uno o dos grupos metilo o metoxi,
- R_{12} y R_{13} significan, cada una independientemente, un grupo hidroxil,
- 10 A_1 significa un átomo de nitrógeno, n significa 1, y D_1 significa un radical de éster dimetílico del ácido iso- o tereftálico.

15 Los compuestos de fórmula III pueden producirse por condensación de un compuesto de fórmula IV,



en la que R_1 es tal como definida más arriba, con un compuesto de fórmula V,



en la que R_7 y R_8 , que pueden ser iguales o diferentes, significan, cada una independientemente, un átomo de flúor, de cloro o de bromo, o bien tienen uno de los significados indicados más arriba para R_2 y R_3 ,

5

Hal significa cloro o bromo, y

A es tal como definida más arriba,

en una relación molar de 1:1, y, en el caso de que fuera necesario, se disocia a continuación el grupo $\text{CH}_3\text{-CO}$ y/o se intercambian cualquier átomos de halógeno representados por R_7 y R_8 por un grupo amino, alcoxi o hidroxí.

10

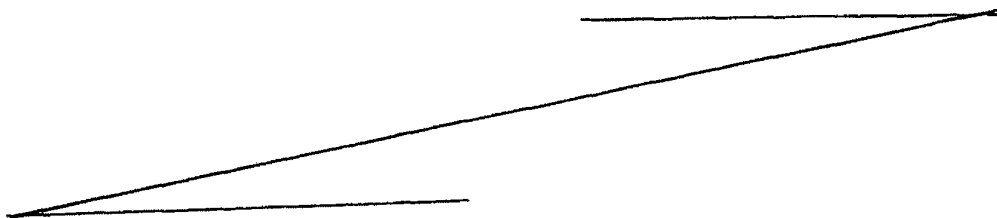
La reacción de los compuestos de fórmula IV con los compuestos de fórmula V se lleva a cabo preferiblemente en un medio entre débilmente alcalino y fuertemente alcalino, por ejemplo a un pH de hasta 12. La temperatura de la reacción es convenientemente entre 0° y 100°C . Como disolventes apropiados entran en consideración agua, dioxano o acetona o mezclas de dichos disolventes. Con el fin de ligar el haluro de hidrógeno liberado, se puede utilizar un carbonato o hidróxido de metal alcalino.

15

La disociación del grupo $\text{CH}_3\text{-CO}$ se efectúa convenientemente en un medio débilmente alcalino o ácido, por ejemplo a un pH entre 1 y 8, en un disolvente polar, tal como agua, acetona, dioxano, alcohol, por ejemplo etanol, isopropanol, alcohol bencílico; glicoles, por ejemplo etileno-glicol, propileno-glicol, dietileno-glicol; o en amidas, por ejemplo dimetilformamida, dimetilacetamida; sulfóxi-

20

25



do de dimetilo o hexametil-triamida fosforosa. Se sitúa la temperatura de la reacción entre temperatura ambiente y la temperatura de ebullición de la mezcla de la reacción, preferiblemente entre 60° y 150°C. Así, al efectuarse la reacción de condensación en un medio débilmente alcalino, el grupo $\text{CH}_3\text{-CO}$ puede desdoblarse simultáneamente con la reacción de condensación.

Para la sustitución de los halógenos, representados por R_7 y/o R_8 , por grupos hidroxilo, entran en consideración agua o hidróxidos de metales alcalinos (hidróxido de sodio, de potasio o de litio), óxidos o hidróxidos de metales alcalino-térreos (óxido de magnesio, óxido de calcio o hidróxido de calcio); apropiados para la sustitución por grupos alcoxi son los alcoholatos de metales alcalinos (alcoholato de sodio o de potasio).

Los halógenos pueden reemplazarse por grupos amino mediante reacción con las aminas correspondientes, en caso dado en presencia de carbonatos, bicarbonatos o hidróxidos de metales alcalinos. La introducción de los grupos arriba mencionados puede efectuarse simultáneamente con la disociación hidrolítica del grupo $\text{CH}_3\text{CO-}$.

Los compuestos de fórmula I, tal como definida más arriba, son indicados para utilizarse como pigmentos. Dichos compuestos son apropiados para la tintura de sustratos sintéticos en la masa, incluyendo los plásticos o resinas sintéticas, en presencia o en ausencia de un disolvente. Pueden utilizarse en pinturas a base de aceite o de agua, en barnices, para la tintura de hilados de viscosa o de acetato de celulosa, para la pigmentación de polietileno, poliesti-

reno, cloruro de polivinilo, caucho o cuero artificial. Además, los compuestos son idóneos en tintas de imprenta, para la coloración de papel en la masa, para el recubrimiento de textiles y para la estampación de pigmentos.

5 Las tinturas obtenidas poseen notables solídeces al calor, a la luz y a las intemperies, así como estabilidad a los productos químicos, por ejemplo estabilidad al SO_2 y a los álcalis. Cabe destacar sus solídeces a la migración, a la eflorescencia, al sobreteñido, a la floculación, a la cristalización y a los disolventes.

10 Poseen además una buena intensidad de color y buen poder de dispersión, así como poder cubridor.

Las propiedades pigmentarias pueden mejorarse ulteriormente si se somete el pigmento crudo a un post-tratamiento en disolventes orgánicos a temperaturas elevadas, por ejemplo entre 110° y 200°C .

15 Entre los disolventes orgánicos apropiados (en los cuales los pigmentos mismos no entran en solución) se incluyen los clorobencenos (mezcla), nitrobenzeno, dimetilformamida, ácido acético glacial, etileno-glicol o quinolina.

Los compuestos de fórmula I, en la que R_2 y R_3 significan hidroxí, son pigmentos preferidos.

20

Los compuestos de fórmula I, en la que R_2 y R_3 tienen un significado diferente de hidroxí, son indicados asimismo como colorantes de dispersión. Dichos compuestos son apropiados para la tintura de sustratos orgánicos de alto peso molecular y de carácter hidrófobo, por ejemplo para la tintura de sustratos que se constituyen o

25

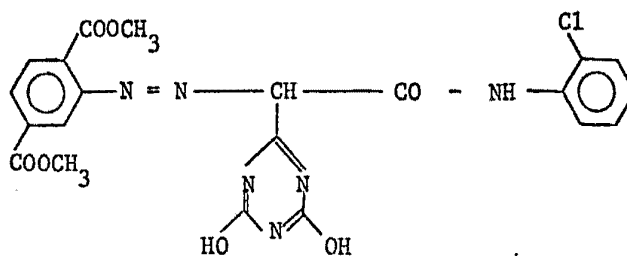
E J E M P L O 1

Se disuelven, a 100°, 41,8 partes de éster dimetílico del ácido aminotereftálico en 100 partes de ácido acético glacial y la solución se introduce en una mezcla que consta de 400 partes de
5 agua y de 65 partes de ácido clorhídrico al 35%. Después de enfriar a 0°, se añaden, agitando, 14 partes de nítrito de sodio y, después de continuar agitando durante 5 minutos aproximadamente, se añaden 60 partes de urea y luego se filtra la solución.

Se disuelven 56,1 partes de 2-cloro-(4', 6'-dihidroxi-1',
10 3', 5'-triazinil)-acetilaminobenceno en 300 partes de dimetilformamida; a la mezcla se añade una solución de 300 partes de acetato de sodio anhidro en 300 partes de agua, luego se enfría la mezcla a 0°, después se le añade la solución de la sal del diazonio durante 10 minutos aproximadamente y agitando a fondo; después de continuar
15 agitando a 0° - 5° durante 1 hora, y a temperatura ambiente durante 12 horas, el precipitado se separa por filtración, se lava con agua hasta quedar neutro y se seca.

Con el fin de mejorar la solidez y las propiedades de aplicación, en especial el comportamiento reológico y el poder de dispersión,
20 se somete el pigmento a un tratamiento en dimetilformamida durante 1 hora a 150° aproximadamente.

Se obtiene el pigmento puro que corresponde a la fórmula



con un P.F. de $>300^{\circ}$, el que tiñe cloruro de polivinilo en matices amarillos con excelentes solideces.

Análisis elemental:	C	H	Cl	N	O
Calculado	50,4	3,4	7,1	16,8	22,4
5 Hallado	50,5	3,4	7,0	16,8	22,3

El colorante indicado más arriba puede producirse asimismo del modo siguiente:

Se introducen con agitación 52,57 partes de éster dimetilico del ácido aminotereftálico en una mezcla de 25 partes de agua y 25 partes de ácido acético glacial. Después de continuar agitando durante 1 hora, se añaden 62,5 partes de agua y 73,1 partes de ácido clorhídrico al 35% y se agita la mezcla durante 5 horas. Luego se enfría la mezcla en un baño de hielo y se le añaden 75 partes de hielo. A continuación se introduce, por debajo de la superficie, una solución de 15,5 partes de nítrito de sodio en 50 partes de agua, a una temperatura situada entre 0° y 5°C , por espacio de 30 minutos. Después de continuar agitando durante otra hora más, se añaden 4 partes de ácido amidosulfónico 1 normal, se ajusta el pH a 3,4 con una

solución al 30% de hidróxido de sodio y se agita la mezcla a 0° - 5° durante 10 minutos aproximadamente. Por filtración se separan cualquier impurezas que puedan estar presentes.

5 Se disuelven 70,15 partes de 2-cloro-(4', 6'-dihidroxi-1', 3', 5'-triazinil)-acetilaminobenceno en una mezcla que consta de 6,25 partes de agua y de 62,5 partes de una solución al 30% de hidróxido de sodio. A la solución se añade ácido acético glacial hasta obtener un pH de 6,9. La suspensión resultante se calienta a 40° y se la combina, en el transcurso de 2 horas y con agitación,
10 con la solución de la sal del diazonio, después de lo cual se agita la mezcla a 40° durante 1 hora. Seguidamente se calienta la mezcla a 80° y se la agita durante 1 hora más. El pigmento se separa por filtración, se lava aproximadamente con 7.000 partes de agua caliente y se seca en vacío a 70°.

15 Para mejorar las propiedades tintóreas, se somete el pigmento a un tratamiento durante 1 hora en etanol a ebullición.

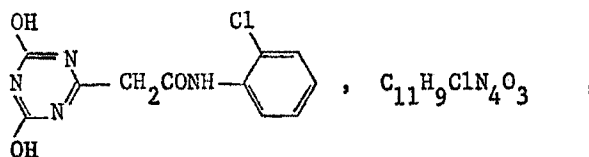
El 2-cloro-(4', 6'-dihidroxi-1', 3', 5'-triazinil)-acetilaminobenceno puede producirse tal como sigue:

Una solución de 396 partes de cloruro de cianurilo en 1.000
20 partes de dioxano se introduce lentamente, con agitación, en 1.000 partes de una mezcla de hielo/agua. A la mezcla resultante se añade lentísimamente, (por espacio de 40 minutos aproximadamente), a una temperatura de 0° - 5°, una mezcla que consta de 247 partes de 2-cloro-acetoacetil-aminobenceno, de 920 partes de agua y de 80 partes
25 de hidróxido de sodio. Después de agitar la mezcla durante otros

30 minutos a la misma temperatura, se la filtra. Se lava el precipitado con agua helada, luego se lo introduce en 5.000 partes de etanol y se lo calienta al reflujo, con agitación, durante 20 horas. A continuación se enfría a 20°, y el precipitado se filtra, se lava varias veces con agua caliente y se seca en vacío a 100°.

5

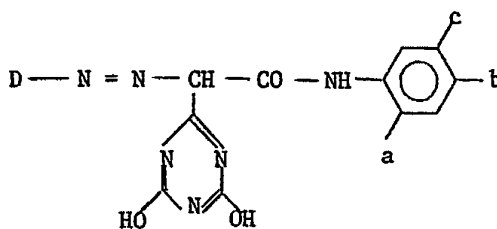
El producto obtenido de este modo corresponde a la fórmula



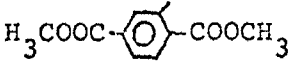
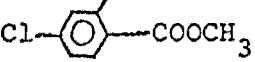
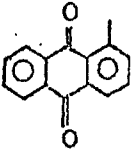
Análisis elemental:	C	H	Cl	N	O
Calculado	47,1	3,2	12,6	20,0	17,1
Hallado	47,0	3,4	12,8	20,2	17,3

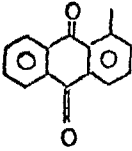
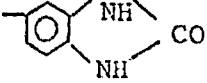
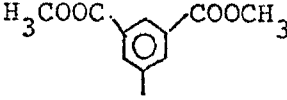
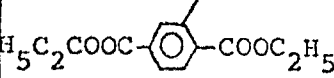
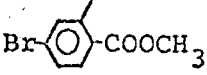
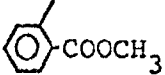
10

La siguiente Tabla 1 muestra ulteriores pigmentos que pueden producirse en analogía con los procedimientos anteriormente descritos; dichos pigmentos corresponden a la fórmula general

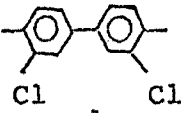
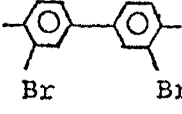
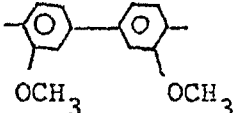


T A B L A 1

Ejemplo No.	D	a	b	c	Matiz sobre cloruro de polivinilo
2		-OCH ₃	Cl	-OCH ₃	amarillo
3	do.	do.	H	do.	do.
4	do.	H	Cl	H	do.
5	do.	-OCH ₃	H	H	do.
6	do.	H	H	H	do.
7	do.	-CH ₃	H	H	do.
8		H	H	H	do.
9	do.	H	Cl	H	do.
10	do.	Cl	H	H	do.
11	do.	-OCH ₃	Cl	-OCH ₃	do.
12	do.	do.	H	H	do.
13	do.	do.	H	-OCH ₃	do.
14	do.	-CH ₃	H	H	do.
15		-Cl	H	H	do.
16	do.	-OCH ₃	Cl	-OCH ₃	anaranjado

Ejemplo No.	D	a	b	c	Matiz sobre cloruro de polivinilo
17		H	Cl	H	amarillo
18		Cl	H	H	do.
19	do.	-OCH ₃	Cl	-OCH ₃	anaranjado
20	do.	do.	H	do.	do.
21		H	H	H	amarillo
22	do.	H	Cl	H	do.
23	do.	Cl	H	H	do.
24	do.	-OCH ₃	Cl	-OCH ₃	anaranjado
25	do.	do.	H	H	amarillo
26	do.	do.	H	-OCH ₃	anaranjado
27	do.	-CH ₃	H	H	amarillo
28		do.	H	H	do.
29		H	H	H	do.
30		H	-CH ₃	H	do.

T A B L A 2

Ejemplo No.	D	a	b	c	Matiz sobre cloruro de polivinilo
31		Cl	H	H	anaranjado
32	do.	-OCH ₃	H	H	do.
33	do.	do.	Cl	-OCH ₃	do.
34	do.	do.	H	do.	do.
35	do.	-CH ₃	H	H	do.
36	do.	H	H	H	do.
37	do.	H	Cl	H	do.
38		-OCH ₃	Cl	-OCH ₃	do.
39		Cl	H	H	rojo
40	do.	-OCH ₃	H	H	anaranjado
41	do.	do.	Cl	-OCH ₃	rojo
42	do.	do.	H	do.	do.
43	do.	-CH ₃	H	H	anaranjado
44	do.	H	H	H	do.
45	do.	H	Cl	H	rojo
46	do.	H	Br	H	do.

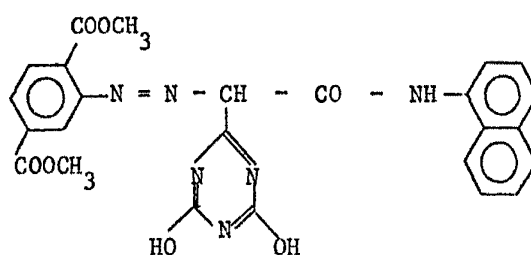
T A B L A 3

Ejemplo No.	D	A	a	b	c	Matiz sobre cloruro de polivinilo
47	<chem>H3COOC-C6H4-COOCH3</chem>	<chem>C=C-Cl</chem>	H	H	H	amarillo
48	do.	do.	-CH ₃	H	H	do.
49	do.	do.	-OCH ₃	H	H	do.
50	do.	do.	Cl	H	H	do.
51	do.	<chem>C=C-H</chem>	Cl	H	H	do.
52	<chem>Cl-C6H4-COOCH3</chem>	do.	Cl	H	H	do.

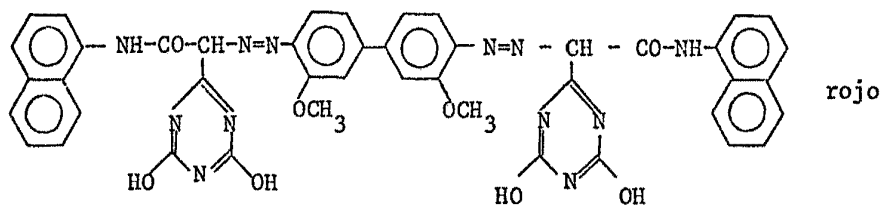
Los colorantes que corresponden a las siguientes fórmulas fueron producidos en analogía con el primer procedimiento operatorio indicado en el Ejemplo 1:

E J E M P L O 53

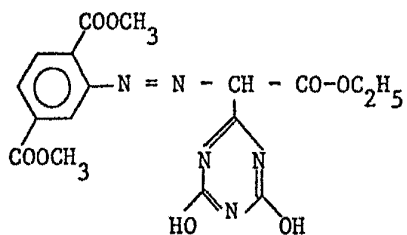
Matiz sobre cloruro de polivinilo



E J E M P L O 54

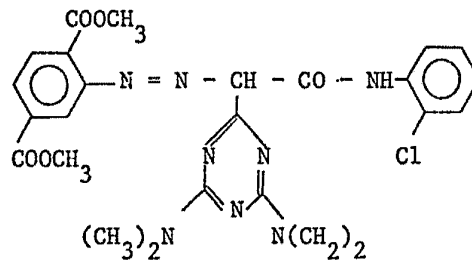


E J E M P L O 55



E J E M P L O 56

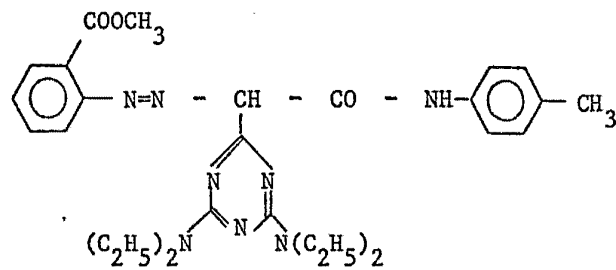
Colorantes de dis-
persión; tintura de
ensayo en un género
de fibras de poli-
éster



amarillo

E J E M P L O 57

Colorante soluble
en aceite



amarillo

EJEMPLO DE APLICACION A

A una mezcla de base que consta de

63 partes de una emulsión de cloruro de polivinilo,

32 partes de dioctil-ftalato,

5 3 partes de un ablandador comercial de epoxi,

1,5 parte de un estabilizador (mezcla de bario-cadmio-estearato, también comercial) y

0,5 parte de un quelador (comercial)

se añade 0,5 parte del pigmento obtenido en el Ejemplo 1 y 5 partes
10 de un pigmento de dióxido de titanio, y se mezcla a fondo.

Se hace rodar la mezcla en un mezclador de rodillos durante 8 minutos a 160°C; para obtener una mejor distribución del pigmento, se dejan rodar los rodillos de fricción, el uno a 20 revoluciones por minuto y el otro a 25 revoluciones por minuto. La lámina
15 obtenida, teñida en un matiz amarillo y teniendo un espesor de 0,3 mm, es recogida.

La tintura es excelentemente sólida a la luz y a la migración, así como estable al calor.

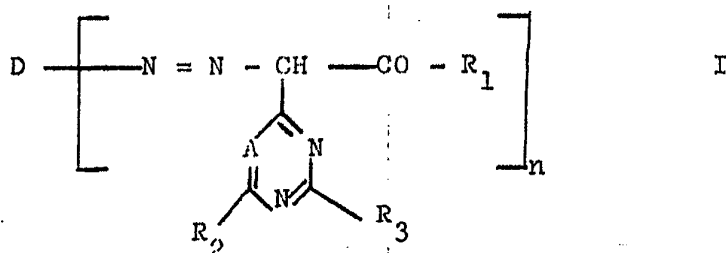
EJEMPLO DE APLICACION B

20 Se moltura en un molino de bolas, por espacio de 48 horas, una mezcla que consta de 7 partes del colorante producido de acuerdo con el Ejemplo 56, 4 partes de dinaftil-metano-dísulfonato de sodio, 4 partes de cetil-sulfato de sodio y 5 partes de sulfato de so-

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 indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental; también se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente, presentada en Suiza, bajo el número 14255/73, de fecha de 5 de octubre de 1.973, 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 COMPUESTOS AZOICOS; caracterizándose por lo siguiente:

1ª.- Procedimiento para la producción de compuestos azoicos, que corresponden a la fórmula I,

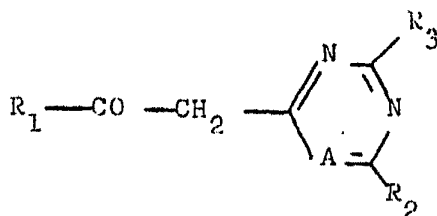


en la que R_1 significa un grupo de fórmula $-NH_2$, $-NH-R_4$ ó $-O-R_4$, en donde R_4 significa un radical alquilo (C_1-C_8), un radical cicloalquilo (C_5-C_8), un radical fenilo, naftilo o heterocíclico de carácter aromático sin sustituir, o un radical fenilo, naftilo o heterocíclico de carácter aromático que pueden ser sustituidos por tres sustituyentes como máximo; dichos sustituyentes se eligen

a su vez entre un máximo de dos sustituyentes que pueden ser cloro, bromo, alquilo (C₁-C₈) o alcoxi (C₁-C₈), y un máximo de un sustituyente que se elige entre trifluorometilo, sulfoguanidina, nitro y ciano; o significa un grupo de fórmula -CO-NH-R₅- o de fórmula -SO₂-NH-R₅-, en donde R₅ significa un radical alquilo (C₁-C₈), cicloalquilo (C₅-C₈), un radical fenilo o naftilo sin sustituir o un radical fenilo o naftilo sustituidos por un máximo de tres sustituyentes que, a su vez, se eligen entre un máximo de dos átomos de halógeno, radicales alquilo (C₁-C₈) y alcoxi (C₁-C₈), y/o un grupo trifluorometilo, nitro, ciano, fenilaminocarbonilo o -sulfonilo, R₂ y R₃, que pueden ser iguales o diferentes, significan, cada una independientemente, un átomo de hidrógeno, un grupo hidroxilo, alcoxi (C₁-C₈), amino, cicloalquilamino (C₁-C₈), alquilamino (C₁-C₈), dialquilamino (C₁-C₈), fenilamino o naftilamino, o un grupo N-fenil-N-alquilamino (C₁-C₈). A significa un átomo de nitrógeno o un grupo de fórmula >C-R_6 , en donde R₆ significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un radical alquilo (C₁-C₈), n significa 1, y D significa el radical del componente de diazo, o bien n significa 2, y D significa el radical de un componente de tretazo, quedando la molécula libre de grupos de ácido sulfónico; caracterizado porque se copula una amina diazotada o tetrazotada de fórmula II,



en la que D y n se definen como anteriormente, con un compuesto de fórmula III,



III

5

en la que R₁, R₂, R₃ y A se definen como anteriormente, en una relación molar de 1:1 ó 1:2.

10

2^a.- Procedimiento para la producción de compuestos azoicos; tal y como queda sustancialmente descrito e ilustrado en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 30 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

SANDOZ, 25 JUN. 1976

GOMEZ ACEBO Y MUDEI
p. p. Firmados L. Gasta Fernández