

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



⑩ ES	⑪ NUMERO	⑩ A1
	433.143	
	⑫ FECHA DE PRESENTACION	
	21.12.73	

PATENTE DE INVENCION

⑥ PRIORIDADES:	⑦ FECHA	⑧ PAIS
⑨ NUMERO		
18039/73	21 de diciembre de 1.973	SUIZA

⑭ FECHA DE PUBLICIDAD	⑮ CLASIFICACION INTERNACIONAL	⑯ PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09B//306P	

⑰ TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COMPUESTOS MONOAZOICOS.

⑱ SOLICITANTE (S)
SANDOZ, A.G.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Basilea, Suiza.

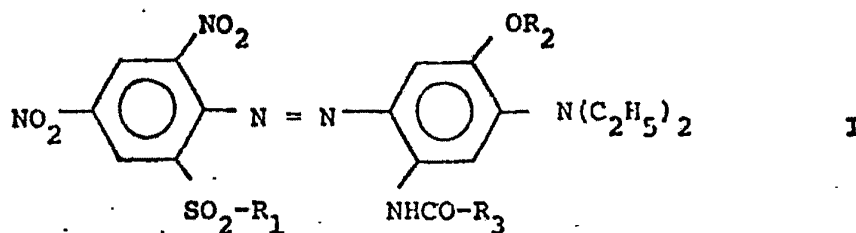
⑲ INV. TOR (ES)
Rudi Altermatt

⑳ TITULAR (ES)

㉑ REPRESENTANTE
D. Jaime Gómez-Acebo y Modet.

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar compuestos mono-azoicos.

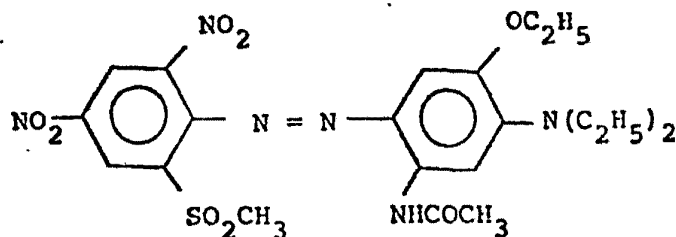
La presente invención proporciona, en particular, compuestos de fórmula I,



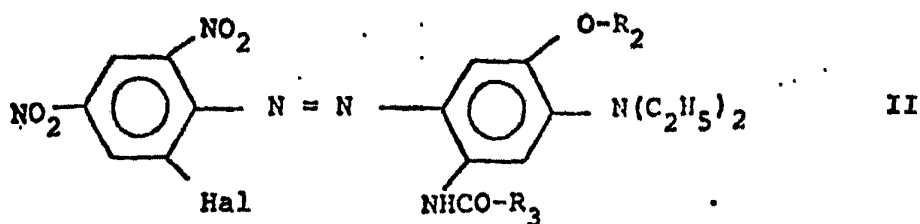
en la que cada una de R_1 , R_2 y R_3 , que pueden ser iguales o diferentes, significa un radical metilo o etilo.

En los compuestos de fórmula I, R_1 significa preferiblemente un radical metilo; R_2 significa preferiblemente un radical etilo; R_3 significa preferiblemente un radical metilo.

Así, un colorante preferido de fórmula I es el compuesto que corresponde a la fórmula



La presente invención proporciona asimismo un procedimiento para la producción de compuestos de fórmula I, tal como definida más arriba, caracterizado por el hecho de que se condensa un compuesto de fórmula II,



en la que R_2 y R_3 son tales como definidas anteriormente, y
Hal significa cloro o bromo,
con un compuesto de fórmula III,



5 en la que R_1 es tal como definida anteriormente, y
X significa un átomo de hidrógeno o un metal
equivalente,
preferiblemente en una relación molar de 1:1.

El procedimiento se efectúa preferi-
blemente en un disolvente aprótico, tal como dimetilformamida, di-
metilacetamida, dimetilsulfóxido, dimetilsulfona, tris-dimetilamida
10 del ácido fosfórico, piridina o quinolina, o bien en una mezcla de
cualquiera de dichos disolventes con agua. La temperatura de la
reacción es convenientemente entre 0° y 200°C, preferiblemente entre
20° y 100°C. Además, conviene efectuar la reacción en presencia de
una sal de cobre (I) o de un polvo de cobre metálico. El final de

la reacción puede determinarse por métodos standard, tal como cromatografía sobre capa delgada. En los compuestos de fórmula III, X significa preferiblemente un átomo de sodio o de potasio o un equivalente de cinc.

5 Los compuestos de fórmula I, tal como definida más arriba, hallan aplicación como colorantes.

La presente invención proporciona, además, un procedimiento para la tintura por agotamiento, la tintura por fulardado o la estampación sobre sustratos que contienen o que se componen de sustancias orgánicas sintéticas o semi-sintéticas, hidrófobas. Como
10 ejemplos de sustratos apropiados pueden darse los sustratos que consisten de o que comprenden poliésteres aromáticos, lineales; 2 1/2 acetato de celulosa; triacetato de celulosa; y poliamidas sintéticas. Los sustratos pueden hallarse presentes en forma de fibra suelta,
15 de hilado o de género.

Los compuestos de fórmula I pueden convertirse en preparaciones de tintura de acuerdo con métodos conocidos, por ejemplo, por molturación en presencia de agentes de dispersión y/o agentes de relleno, con subsiguiente secado bajo vacío o por pulverización.
20 Las preparaciones pueden emplearse de manera convencional para la tintura por fulardado, la tintura por agotamiento o para la estampación en baño largo o corto. Dichas preparaciones pueden emplearse, por ejemplo, de manera análoga a la descrita en la Patente francesa No. 1.445.371.

E J E M P L O 1

Se añaden, a 20° - 25°, 18 partes de una solución acuosa (al 30%) de la sal sódica del ácido metano-sulfinico y 0,2 parte polvo de cobre metalico a una solución de 26,2 partes de 2-bromo-4,6-dinitro-2'-acetilamino-4'-N,N-dietilamino-5'-etoxy-1,1'-azobenceno en 300 partes de dimetilformamida.

5

Se lleva la mezcla a 60° - 65° y se la agita durante 6 horas; a continuación se enfría a 25° y se diluye la mezcla con 500 partes de metanol. El colorante precipitado se separa por filtración, se lava con metanol y se seca. El colorante obtenido tiñe fibras sintéticas en matices azules verdosos con buenas propiedades de solidez.

10

E J E M P L O 2

Se añaden, a 20° - 25°, 18 partes de una solución acuosa (al 30%) de la sal sódica del ácido metano-sulfinico y 5,2 partes de cloruro de cobre (I) a una solución de 26 partes de 2-bromo-4,6-dinitro-2'-acetilamino-4'-N,N-dietilamino-5'-metoxi-1,1'-azobenceno en 300 partes de dimetilformamida. Se lleva la mezcla a 65° y se la agita durante 1 hora, después de lo cual se la enfría a 25° y se la diluye con 500 partes de metanol. El colorante precipitado se separa por filtración, se lava con metanol y se seca. El colorante obtenido tiñe fibras sintéticas en matices azules verdosos con buenas propiedades de solidez.

15

20

La siguiente Tabla muestra ulteriores colorantes de fórmula I que pueden producirse en analogía con los procedimientos descritos en los Ejemplos precedentes. Con todos estos colorantes se consiguen sobre una materia de fibra de poliéster tinturas en matices azules verdosos.

5

T A B L A

Ejemplos	R ₁	R ₂	R ₃
3	-CH ₃	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅
4	do.	-CH ₃	do.
5	-C ₂ H ₅	do.	do.
6	do.	-C ₂ H ₅	do.
7	do.	do.	-CH ₃
8	do.	-CH ₃	do.

EJEMPLO DE APLICACION A

5 En un molino de bolas se molturan durante 48 horas 7 partes del colorante producido según el Ejemplo 1 junto con 4 partes de dinaftil-metano-disulfonato de sodio, 4 partes de cetilsulfato de sodio y 5 partes de sulfato de sodio anhidro, hasta obtenerse un polvo fino.

10 Se empasta 1 parte de la preparación de colorante así obtenida con una pequeña cantidad de agua y la suspensión resultante se añade, pasándola por un tamiz, a un baño de tintura que contiene 2 partes de lauril-sulfato sódico en 4.000 partes de agua. La relación de baño es de 1:40. A continuación se introducen en el baño, a 40° - 50°, 100 partes de un género de poliéster purificado, luego se añaden 20 partes de benceno clorado, emulsionado en agua, se calienta lentamente el baño a 100° y se tiñe a 95° - 100° durante 1 a 15 2 horas. El género, teñido en un matiz azul verdoso, se lava, se enjabona, se lava nuevamente y se seca. La tintura obtenida es uniforme, de buena intensidad de color y posee notables propiedades de solidez.

EJEMPLO DE APLICACION B

20 Se molturan en un molino de bolas 30 partes del colorante producido según el Ejemplo 1, 40 partes de dinaftil-metano-disulfonato sódico, 50 partes de cetil-sulfato sódico y 50 partes de sulfato sódico anhidro, hasta obtenerse un polvo fino. En el baño de tintura que contiene 4 partes de la preparación de colorante arriba ob-

tenida en 1.000 partes de agua se introducen, a 40° - 50°, 100 partes de una materia de fibra de poliéster purificado, luego se calienta lentamente el baño y se tiñe a 130° durante 60 minutos aproximadamente y bajo presión.

5 A continuación se aclara, se enjabona, se aclara nuevamente y se seca. Se obtiene una tintura en un matiz azul verdoso que posee las mismas propiedades de solidez que la tintura obtenida en el Ejemplo A.

EJEMPLO DE APLICACION C

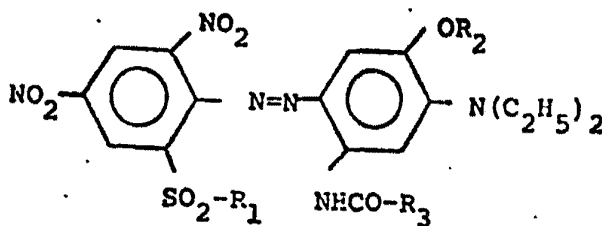
10 20 partes del colorante producido según el Ejemplo 1, 55 partes de polvo obtenido a partir de una solución de celulosa sulfítica y 800 partes de agua se molturan en un molino de bolas hasta que las partículas del colorante tengan un tamaño inferior a 1 μ .

15 La solución coloidal obtenida se mezcla con 25 partes de éter mono-butílico de dietileno-glicol y con 400 partes de carboximetil-celulosa al 6%. La pasta de estampación obtenida es particularmente apropiada para la estampación de cinta de estambre de poliéster por el procedimiento Vigoureux. La estampación se lleva a
20 cabo con dos rodillos (extensión 78%), y luego se somete la materia al vaporizado a 120° sin secado intermedio. Se obtienen estampados en un matiz azul verdoso con buenas propiedades de solidez.

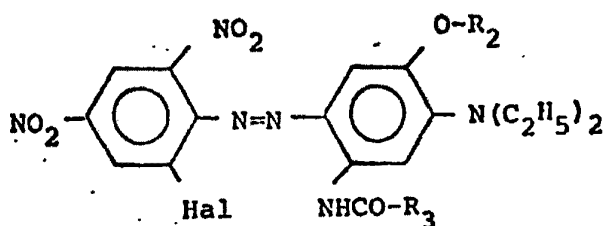
25 Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarse en la práctica debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente descritas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

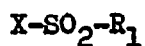
1.- Procedimiento para preparar compuestos de monoazoicos, de formula I,



5 en la que cada una de R₁, R₂ y R₃, que pueden ser iguales o diferentes, significa un radical metilo ó etilo, caracteriza dos porque se condensa un compuesto de fórmula II,



10 en la que R₂ y R₃ son tales como definidas más arriba, y Hal significa cloro o bromo, con un compuesto de fórmula III



en la que R₁ es tal como definida más arriba, y X significa un átomo de hidrógeno o equivalente de un metal.

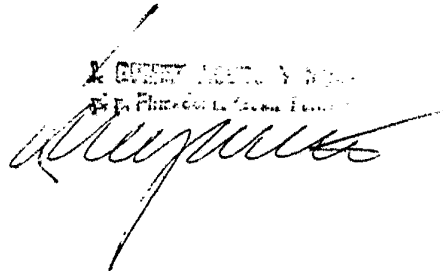
15 2.- Procedimiento para preparar compuestos monoazoicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 10 hojas escritas a máquina
por una sola cara.

Madrid, 9 de ...

SANDOZ, A.G.

X. GONZALEZ ...
P. J. ...

A large, stylized handwritten signature in dark ink, written over the typed name and address of the company.