

Int. Cl. C09B/006P

Nº 441.500

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION POR:

UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE NUEVOS
COMPUESTOS DE ESTIRILO

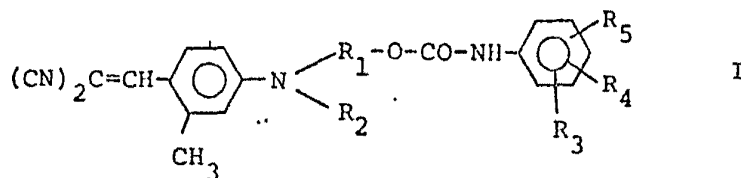
Solicitante: SANDOZ AG.

Domicilio: CH-4002 BASLE, Suiza.

Prioridad: de la solicitud de patente suiza
Nº 13381/74 del 4 de octubre 1.974.

La presente invención se refiere a compuestos de estirilo.

La invención proporciona compuestos de fórmula I,



- en la que R_1 significa alquileno C_2-C_8 , o cicloalquileno C_5-C_8 ,
- R_2 significa cicloalquilo C_5-C_8 , sin sustituir o sustituido por un máximo de tres grupos metilo; o alquilo C_1-C_8 , sin sustituir o sustituido por un grupo alcoxi C_1-C_4 , alquiltio C_1-C_4 , alquil- C_1-C_4 -carboniloxi, alcoxi- C_1-C_4 -carboniloxi o por alcoxi- C_1-C_4 -carbonilo,
- o bien R_3 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno, o un radical alquilo C_1-C_4 , alcoxi- C_1-C_4 o alcoxi- C_1-C_4 -carbonilo, y
- R_4 significa un átomo de halógeno, o un radical ciano, trifluorometilo, cicloalquilo C_5-C_8 , alcoxi C_1-C_4 , cicloalcoxi C_5-C_8 , alquiltio C_1-C_4 , cicloalquiltio C_5-C_8 , fenilo, fenoxi, feniltio, feniltioalquilo C_1-C_4 , fenilalquilo C_1-C_4 , fenoxialquilo C_1-C_4 , fenilazo, alcoxi- C_1-C_4 -carbonilo, cicloalcoxi- C_5-C_8 -carbonilo, fenoxi-carbonilo, benzoilo, benzoiloxi, fenoxicarboniloxi, fenilsulfoniloxi o fenilalquil- C_1-C_4 -tio,



o bien R_3 y R_4 se hallan en átomos de carbono adyacentes y juntamente con dichos átomos forman un anillo aromático, carbocíclico o heterocíclico de 5 o 6 miembros, saturado o sin saturar, teniendo, en caso dado, un anillo bencénico condensado, y

5 R_5 significa un átomo de hidrógeno, de cloro, de bromo, o un grupo metilo o metoxi; cualquier radical alquilo o alcoxi representado por R_3 o R_4 está en caso dado sustituido por

10 alcoxi C_1-C_4 , por fenilo o por alcoxi- C_1-C_4 -carbonilo; cualquier radical o mitad cicloalquilo representado por o contenido en R_3 o R_4 está, en caso dado, sustituido por un máximo de tres grupos

15 metilo o por alcoxi C_1-C_4 , por fenilo o por alcoxi- C_1-C_4 -carbonilo; cualquier radical o mitad fenilo representado por o contenido en R_4 está, en caso dado, sustituido por un máximo de dos sustituyentes que

20 se seleccionan entre halógeno, metilo, alcoxi C_1-C_4 y alcoxi- C_1-C_4 -carbonilo, con el requisito de que cualquier radical alcoxi sustituido por alcoxi contenga 3 átomos de carbono como mínimo.

Por halógeno se entiende flúor, cloro, bromo y yodo, pre-

25 firiéndose el cloro y el bromo.



En los términos "alcoxi-C₁-C₄-carbonilo" y "alquil-C₁-C₄-carbonilo" el "C₁-C₄" significa que las mitades alcoxi o alquilo en dichos grupos contienen de 1 a 4 átomos de carbono.

5 Cuando R₁ significa cicloalquileo, éste está preferiblemente enlazado con los átomos N y O a través de átomos de carbono adyacentes, conteniendo los preferidos grupos cicloalquileo 5 o 6 átomos de carbono, en particular 5 átomos de carbono.

10 Cuando R₁ significa alquileo C₂-C₈, lo que es el caso preferido, dicho alquileo contiene, de preferencia, de 2 a 4 átomos de carbono, hallándose 2 o más átomos de carbono, preferiblemente 2 átomos de carbono entre los átomos N y O. Los grupos alquileo particularmente preferidos, representados por R₁, son: 1,2-etileno, 1,2-propileno y 1,2-butileno (estando el 1-C-átomo unido al nitrógeno), de los cuales se prefiere el 1,2-etileno.

15 Los radicales o mitades cicloalquilo preferidos, representados particularmente por R₂, son el ciclopentilo y el ciclohexilo, prefiriéndose que tales radicales y mitades sean sin sustituir.

20 Cuando R₂ significa un radical alquilo, lo que es el caso preferido, dicho radical, bien sustituido o sin sustituir, contiene preferentemente de 2 a 8 átomos de carbono, en especial de 2 a 4 átomos de carbono y, estando sustituido, los sustituyentes preferidos son los radicales alcoxi C₁-C₄. Sin embargo, se prefiere que los radicales alquilo representados por R₂ queden sin sustituir, prefiriéndose como tales radicales alquilo representados por R₂ el etilo y el n-butilo, en particular el n-butilo.

25



De preferencia, R_3 y R_4 no están unidas ni forman un anillo. Sin embargo, como ejemplos de tales anillos pueden darse los citados más adelante en los Ejemplos 123 a 150.

R_3 significa de preferencia un átomo de hidrógeno, de cloro o de bromo, o un grupo alquilo C_1-C_4 (preferiblemente metilo), alcoxí C_1-C_4 (preferiblemente metoxi) o alcoxí- C_1-C_4 -carbonilo (preferiblemente metoxi- o etoxi-carbonilo), en particular un átomo de hidrógeno, de cloro o de bromo, y en especial un átomo de cloro.

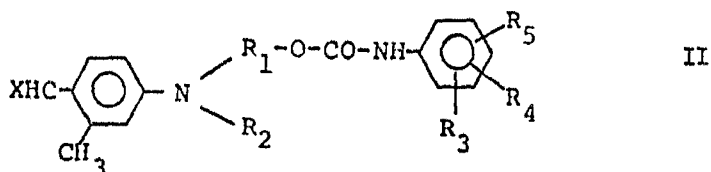
R_4 significa de preferencia un átomo de cloro o de bromo, o un radical ciano, trifluorometilo, ciclohexilo, alcoxí C_1-C_4 , ciclohexiloxi, alquiltio C_1-C_4 , fenilo, fenoxi, feniltio, fenilalquilo C_1-C_4 , fenilalcoxí C_1-C_4 , fenoxialquilo C_1-C_4 , alcoxí- C_1-C_4 -carbonilo, fenoxicarbonilo, fenilsulfoniloxi o fenilazo, prefiriéndose en particular que signifique un átomo de cloro o de bromo, o un grupo ciano, alcoxí- C_1-C_4 -carbonilo o fenilazo, y en especial un átomo de cloro.

R_5 significa de preferencia un átomo de hidrógeno o de cloro, o un grupo metilo o metoxi, de mayor preferencia un átomo de hidrógeno.

Como puede apreciarse, cuando, en los compuestos de fórmula I, la mitad fenilo en el radical fenilaminocarboniloxi no lleva un anillo condensado, dicha mitad fenilo está mono-, di- o tri-sustituida. En los compuestos de la invención los más preferidos, la mitad fenilo está di-sustituida, prefiriéndose que por lo menos uno, de mayor preferencia los dos de los citados sustituyentes sean cloro o bromo, particularmente cloro.



La invención proporciona asimismo un procedimiento para la producción de los compuestos de fórmula I, caracterizándose dicho procedimiento porque se reacciona, con malononitrilo, un compuesto de fórmula II,



5 en la que R_1 a R_5 son tales como definidas más arriba, y
 X significa oxígeno o $\overset{\oplus}{=}NR_5R_6 A^\ominus$, de preferencia oxígeno,
 en donde o bien R_5 significa alquilo que contiene de preferencia de 1 a 4 átomos de
 10 carbono, y
 R_6 significa alquilo, que contiene de preferencia de 1 a 4 átomos de carbono, o
 significa fenilo,
 o bien R_5 y R_6 , juntas, forman una cadena alquilo-
 15 leno de 4 o 5 miembros, y
 A^\ominus significa un anión, preferiblemente Cl^\ominus , Br^\ominus o $PO_2Cl_2^\ominus$,
 de preferencia en una relación molar de 1:1.

La reacción se lleva a cabo convenientemente de manera convencional, ventajosamente en un disolvente inerte, por ejemplo en un
 20



alcohol inferior, tal como etanol o metanol. De preferencia, la reacción se realiza en presencia de una base orgánica, por ejemplo en piperidina, pirrolidina, piridina, trietilamina o trietanolamina. Una temperatura de reacción apropiada es de 50° a 150°C, prefiriéndose la temperatura de reflujo.

Los compuestos de fórmula I resultantes pueden aislarse y purificarse de manera convencional.

Los compuestos de fórmula II pueden obtenerse de manera habitual, por ejemplo por reacción de Vilsmeier, a partir de materias de partida disponibles.

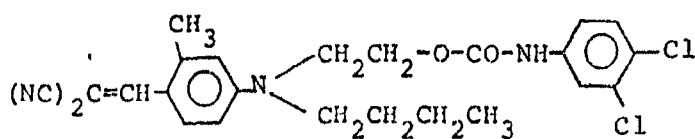
Los compuestos de fórmula I son colorantes de dispersión particularmente apropiados para la tintura y la estampación de sustratos que se componen de o que contienen materias sintéticas o semi-sintéticas, hidrófobas, de elevado peso molecular, por ejemplo sustratos textiles que se componen de o que contienen poliéster aromático lineal, 2 1/2-acetato de celulosa, triacetato de celulosa o poli-amida sintética; los citados sustratos están presentes en la forma convencional, por ejemplo como fibras, filamentos, tejidos, géneros no tejidos, etc. La tintura puede efectuarse de manera convencional, por ejemplo según se describe en la Patente francesa No. 1.445.371, utilizando los colorantes en las cantidades convencionales.

Los compuestos de fórmula I pueden transformarse en preparaciones de tintura, según lo convencional en colorantes de dispersión, mediante molturación en presencia de agentes de dispersión y/o agentes de carga, y subsiguiente secado en vacío o por atomizador.

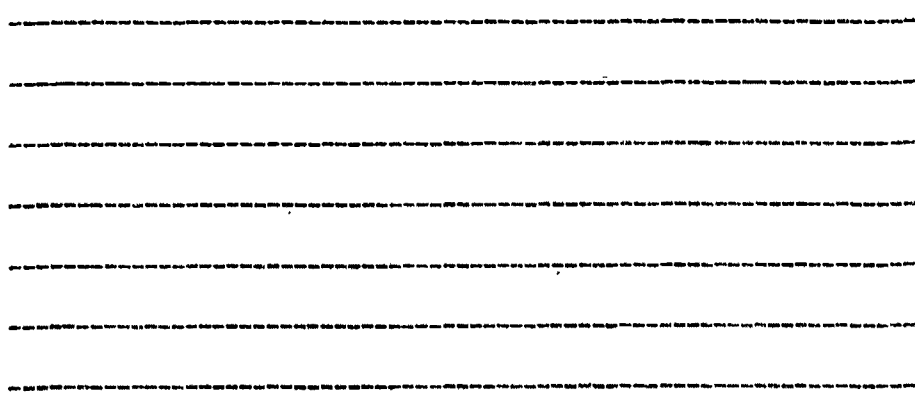


E J E M P L O 1

Se disuelven, a 60°, 10,0 partes de 4-[N-butil-N-β-(3',4'-
 diclorofenil-aminocarboniloxi)-etil]-amino-2-metil-benzaldehído en
 una solución que consta de 2,5 partes de malononitrilo y de 0,1 parte
 5 de piperidina en 25 partes de etanol absoluto, luego se calienta
 el conjunto durante 3 horas bajo reflujo y se lo enfría, con lo cual
 el colorante de fórmula



precipita en la forma de cristales amarillos. Los cristales se fil-
 tran, se lavan con una pequeña cantidad de metanol a 0° y se secan.
 10 En la Tabla más adelante figuran otros colorantes de fór-
 mula I que pueden prepararse de manera análoga a la descrita en el
 Ejemplo 1. Aplicados sobre fibras de poliéster, todos estos coloran-
 tes proporcionan tinturas en matiz amarillo a amarillo verdoso.





T A B L A

En todos los Ejemplos, salvo en el Ejemplo 33, R_5 significa hidrógeno; en el Ejemplo 33 R_5 significa $2-CH_3$; en el Ejemplo 47 R_5 significa $5-Cl$; en el Ejemplo 48 R_5 significa $4-Cl$; en el Ejemplo 98 R_5 significa $5-OCH_3$; en el Ejemplo 150 R_5 significa $6-Cl$; y en los Ejemplos 81 y 83 R_5 significa $6-CH_3$.

Ej. No.	R_1	R_2	R_3	R_4
2	$\begin{array}{c} -CH-CH- \\ \quad \\ CH_3 \quad CH_3 \end{array}$	$-C_2H_5$	H	$4-O-SO_2-C_6H_5$
3	do.	$-CH_2CH_2OCOOC_2H_5$	$2-Cl$	$5-CF_3$
4	$-CH_2CH_2-$	$-CH_2CH_2CH_2OC_2H_5$	$3-Br$	$4-$ ciclohexiloxi
5	do.	$\begin{array}{c} -CH_2CH-COOC_2H_5 \\ \quad \quad \\ \quad \quad CH_3 \end{array}$	H	$3-OC_6H_5$
6	1,2-ciclohexileno	$-CH_2CH_2CH_2CH_3$	$3-Cl$	$4-Cl$
7	do.	$-CH_2CH_2O-COC_2H_5$	H	$3-Cl$
8	$-CH_2CH_2CH_2-$	$-CH_2CH_2CH_2O-COOCH_3$	$3-COOC_2H_5$	$4-COOC_2H_5$
9	1,2-ciclopentileno	$-C_2H_5$	$2-CH_3$	$4-COOCH_2C_6H_5$
10	do.	$-CH_2CH_2CH_2CH_2C_2H_5$	H	$4-COC_6H_5$
11	do.	$-CH_2CH_2OCH_2CH_2C_2H_5$	H	$3-CH_2OC_6H_5$
12	$-CH_2C(CH_3)_2-$	$-C_2H_5$	$3-Cl$	$4-OCOOC_6H_5$
13	do.	$-CH_2CH_2CO-OC_2H_5$	$3-CH_3$	$4-OCH_2CH_2C_2H_5$
14	$-CH_2CH_2-$	$-CH_2CH_2O-COCH_2C_2H_5$	H	$3-O-COC_6H_5$
15	$\begin{array}{c} -CH_2CH- \\ \quad \quad \\ \quad \quad CH_3 \end{array}$	$\begin{array}{c} -CH_2CH-O-COCH_3 \\ \quad \quad \quad \\ \quad \quad \quad CH_3 \end{array}$	$4-OCH_3$	$3-CN$
16	do.	$-CH_2CH_2CH_2CH_2OC_2H_5$	$4-F$	$3-Br$
17	$\begin{array}{c} -CH_2CH- \\ \quad \quad \\ \quad \quad C_2H_5 \end{array}$	$-CH_2CH_2OCH_3$	H	$4-S-C_6H_5$
18	do.	$-CH_2CH_2CO-OCH_2CH_2C_2H_5$	$5-Cl$	$3-OCH_2C_6H_5$
19	$\begin{array}{c} -CH_2CH- \\ \quad \quad \\ \quad \quad CH_3 \end{array}$	ciclohexilo	$3-Cl$	$4-Cl$



Ej. No.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄
20	$\begin{array}{l} -\text{CH}_2\text{CH}- \\ \quad \quad \quad \backslash \\ \quad \quad \quad \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$	4-F	3-Cl
21	$\begin{array}{l} -\text{CH}_2\text{CH}_2- \\ \quad \quad \quad \backslash \\ \quad \quad \quad \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{n-C}_8\text{H}_{17}$	3-Cl	4-OC ₂ H ₅
22	$\begin{array}{l} -\text{CH}_2\text{CH}- \\ \quad \quad \quad \backslash \\ \quad \quad \quad \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	$\text{n-C}_4\text{H}_9$	3-Br	4-S-CH ₂ C ₆ H ₅
23	$-\text{CH}_2\text{CH}_2-$	ciclopentilo	-2-CH ₃	4-CO-OC ₂ H ₅
24	do.	ciclohexilo	3-C ₂ H ₅	4-Cl
25	$\begin{array}{l} -\text{CH}_2\text{CH}- \\ \quad \quad \quad \backslash \\ \quad \quad \quad \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	-C ₂ H ₅	4-OCH ₃	3-C ₆ H ₅
26	$\begin{array}{l} -\text{CH}_2\text{CH}- \\ \quad \quad \quad \backslash \\ \quad \quad \quad \text{CH}_3 \end{array}$	$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$	4-OC ₂ H ₅	3-CN
27	do.	-C ₂ H ₅	3-CO-OC ₂ H ₅	4-Cl
28	$\begin{array}{l} -\text{CH}_2\text{CH}- \\ \quad \quad \quad \backslash \\ \quad \quad \quad \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	do.	H	4-OC ₆ H ₅
29	$\begin{array}{l} -\text{CH}_2\text{CH}- \\ \quad \quad \quad \backslash \\ \quad \quad \quad \text{CH}_3 \end{array}$	$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}_2\text{H}_5$	H	4-CO-OCH ₂ CH ₂ C ₂ H ₅
30	$-\text{CH}_2\text{CH}_2-$	ciclohexilo	H	3-CO-OC ₆ H ₅
31	$\begin{array}{l} -\text{CH}_2\text{CH}- \\ \quad \quad \quad \backslash \\ \quad \quad \quad \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	-C ₂ H ₅	4-Cl	3-S-CH ₂ CH ₂ C ₂ H ₅
32	$\begin{array}{l} -\text{CH}_2\text{CH}- \\ \quad \quad \quad \backslash \\ \quad \quad \quad \text{CH}_3 \end{array}$	$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}_2\text{H}_5$	H	3-CH ₂ CH ₂ C ₆ H ₅
33	do.	do.	6-CH ₃	4-COOC ₂ H ₅
34	do.	do.	H	4-I
35	$\begin{array}{l} -\text{CH}_2\text{CH}- \\ \quad \quad \quad \backslash \\ \quad \quad \quad \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	do.	H	4-COC ₆ H ₅
36	$-\text{CH}_2\text{CH}_2-$	-C ₂ H ₅	H	4-OC ₆ H ₅
37	do.	do.	3-CH ₃	4-Br
38	do.	do.	4-OCH ₂ CH ₂ CH ₃	3-Cl
39	do.	do.	4-OCH ₂ CO-OC ₂ H ₅	3-Cl
40	do.	do.	3-Cl	4-OCH ₂ C ₆ H ₅
41	do.	do.	H	4-C ₆ H ₅
42	do.	do.	4-OCH ₃	3-C ₆ H ₅






Ej. No.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄
43	-CH ₂ CH ₂ -	-C ₂ H ₅	3-COOC ₂ H ₅	4-CO-OC ₂ H ₅
44	do.	do.	4-Cl	3-CF ₃
45	do.	do.	3-F	4-Br
46	do.	do.	H	4-S-CH ₂ CH ₂ C ₆ H ₅
47	do.	do.	2-Cl	4-Cl
48	do.	do.	do.	3-Cl
49	do.	do.	H	4-(3'-clorofenil-sulfoniloxi)
50	do.	do.	3-Cl	4-OSO ₂ C ₆ H ₅
51	do.	do.	H	4-ciclohexilo
52	do.	do.	H	4-(3'-metilfenil-sulfoniloxi)
53	do.	do.	3-Cl	4-CO-OCH ₂ CH ₂ C ₂ H ₅
54	do.	do.	H	3-Br
55	do.	do.	H	4-Br
56	do.	do.	H	4-I
57	do.	do.	4-nC ₄ H ₉	2-Cl
58	do.	do.	H	4-(4'-n-butiloxi-carbonilfenilo)
59	do.	do.	4-CH ₃	3-Br
60	do.	-CH ₂ C ₂ H ₅	3-Cl	4-Cl
61	do.	do.	-3-CO-OC ₂ H ₅	4-(3'-metilfenoxi)
62	do.	do.	do.	4-ciclohexilcarbonilo
63	do.	do.	do.	4-CH ₂ C ₆ H ₅
64	do.	do.	H	4-CH ₂ OC ₆ H ₅
65	do.	do.	H	3-COOC ₆ H ₅
66	do.	do.	H	4-OCH ₂ -CO-OCH ₂ CH ₂ C ₂ H ₅
67	do.	do.	4-OCH ₃	3-CO-OC ₂ H ₅
68	do.	do.	H	4-COC ₆ H ₅
69	do.	-CH ₂ CH ₂ C ₂ H ₅	H	4-ciclohexiltio
70	do.	do.	H	4-CO-OC ₂ H ₅
71	do.	do.	H	3-CO-OC ₂ H ₅
72	do.	do.	4-CH ₃	do.
73	do.	do.	3-Cl	4-CH ₂ CH ₂ C ₆ H ₅





Ej. No.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄
74	-CH ₂ CH ₂ -	-CH ₂ CH ₂ C ₂ H ₅	3-Br	4-CH ₂ OC ₆ H ₅
75	do.	do.	H	3-SC ₆ H ₅
76	do.	do.	4-Cl	3-SCH ₂ CH ₂ COOC ₂ H ₅
77	do.	do.	3-CO-OCH ₂ CH ₂ C ₂ H ₅	4-CO-OCH ₂ CH ₂ C ₂ H ₅
78	do.	do.	3-OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	4-CN
79	do.	do.	H	3-OCH ₂ C ₆ H ₅
80	do.	do.	H	4-N=NC ₆ H ₅
81	do.	-CH ₂ CH(CH ₃) ₂	3-OCH ₃	4-OCH ₃
82	do.	-C ₂ H ₅	2-Cl	6-Cl
83	do.	do.	4-C ₂ H ₅	2-Br
84	do.	do.	H	3-COOC ₂ H ₅
85	do.	do.	H	4-OCOC ₆ H ₅
86	do.	-CH ₂ CH(CH ₃) ₂	H	4-OCH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅
87	do.	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ C ₂ H ₅	3-CH ₃	4-Cl
88	do.	do.	4-nC ₄ H ₉	3-Cl
89	do.	do.	3-Cl	4-CF ₃
90	do.	do.	H	4-C ₆ H ₅
91	do.	do.	H	3-OCH ₂ CH ₂ COOCH ₃
92	do.	do.	H	4-O-COOC ₆ H ₅
93	do.	-CH ₂ CH ₂ -CH(CH ₃) ₂	H	3-OCH ₂ CH ₂ -CO-OCH ₃
94	do.	do.	3-Cl	4-Cl
95	do.	do.	4-CH ₃	3-Cl
96	do.	do.	H	3-OSO ₂ C ₆ H ₅
97	do.	n-C ₆ H ₁₃	H	4-p-clorofenoxi
98	do.	do.	2-OCH ₃	4-Cl
99	do.	do.	3-CH ₃	4-OCOC ₆ H ₅
100	do.	n-C ₇ H ₁₅	3-COOC ₂ H ₅	4-COOC ₂ H ₅
101	do.	do.	H	4-CO-OCH ₂ C ₆ H ₅
102	do.	do.	3-Cl	4-SCH ₂ CH ₂ C ₂ H ₅
103	do.	do.	H	4-ciclohexiltio
104	do.	-(CH ₂) ₄ CH(CH ₃) ₂	H	2-Br



Ej. No.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄
105	-CH ₂ CH ₂ -	-(CH ₂) ₄ CH(CH ₃) ₂	-3-CO-OC ₂ H ₅	4-Cl
106	do.	n-C ₈ H ₁₇	4-CH ₃	3-Cl
107	do.	do.	H	4-COC ₆ H ₅
108	do.	-C ₂ H ₅	H	4-CH ₂ SC ₆ H ₅
109	do.	do.	H	3-SC ₂ H ₅
110	do.	do.	H	4-N=N-C ₆ H ₅
111	do.	n-C ₈ H ₁₇	H	3-CF ₃
112	do.	do.	4-C ₂ H ₅	3-COC ₆ H ₅
113	do.	do.	H	4-Cl
114	do.	do.	H	3-CN
115	do.	do.	H	3-COOCH(CH ₃) ₂
116	do.	-(CH ₂) ₅ CH(CH ₃) ₂	H	3-SC ₂ H ₅
117	do.	do.	H	4-OSO ₂ C ₆ H ₅
118	do.	do.	4-CH ₃	3-COC ₆ H ₅
119	do.	-CH ₂ CH(CH ₃) ₂	4-Cl	3-COOC ₂ H ₅
120	do.	-CH ₂ C ₂ H ₅	H	4-COOCH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅
121	do.	do.	H	4-p-clorofenoxi
122	do.	do.	H	3-OCH ₂ C ₆ H ₅
123	do.	-CH ₂ CH ₂ SC ₂ H ₅	3-CH ₂ CH ₂ -O-4	
124	-CH ₂ CH- CH ₃	ciclopentilo	3-O-CH ₂ -O-4	
125	-CH ₂ CH- C ₂ H ₅	n-C ₆ H ₁₃	2-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -3	
126	-CH ₂ CH- CH ₃	-CH ₂ C ₂ H ₅	3-O-  -4	
127	-CH ₂ CH ₂ -	-C ₂ H ₅	do.	
128	do.	do.	3-  -CH ₂ -4	
129	do.	n-C ₄ H ₉	3-S-  -4	
130	do.	do.	3-CH=CH-CH=CCl-4	
131	do.	n-C ₆ H ₁₃	3-CH=CH-CH=CH-4	
132	do.	do.	3-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -4	



Ej. No.	R ₁	R ₂	R ₃ / R ₄
133	-CH ₂ CH ₂ -	n-C ₆ H ₁₃	3-C(CH ₃)=CH-S-4
134	do.	n-C ₇ H ₁₅	3-O-CH ₂ -O-4
135	do.	-C ₂ H ₅	3,4-(CH ₂) ₃ -
136	do.	do.	3,4-(CH ₂) ₄ -
137	do.	do.	2,3-(CH ₂) ₃ -
138	do.	do.	2,3-(CH ₂) ₄ -
139	do.	-(CH ₂) ₄ CH(CH ₃) ₂	3-O-CH ₂ CH ₂ -O-4
140	do.	n-C ₈ H ₁₇	3-CH ₂ CH ₂ CH ₂ -4
141	do.	-(CH ₂) ₅ CH(CH ₃) ₂	3-CH ₂ CH ₂ -O-4
142	do.	-CH ₂ CH(CH ₃) ₂	3-CH ₂ CH ₂ -SO ₂ -4
143	do.	-CH ₂ C ₂ H ₅	3-CO-O-CH ₂ CH ₂ -4
144	do.	do.	3  CO-4
145	do.	do.	3-CH ₂ -CH ₂ CH ₂ -O-4
146	do.	do.	4  CH ₂ CH ₂ -3
147	do.	-C ₂ H ₅	2,3-CH=CH-CH=CH-
148	do.	do.	3,4-CH=CH-CH=CH-
149	do.	do.	3,4-O-CH ₂ CH ₂ -O-
150	do.	do.	3,4-(CH ₂) ₃ -



EJEMPLO DE APLICACION A

En un molino de bolas se moltura durante 10 horas 1,0 parte de una preparación de tintura que consta en un 35% del colorante que figura en el Ejemplo 1 y en un 65% de partes iguales de dinaftil-
5 metano disulfonato de sodio y de lignina-sulfonato de sodio. A la preparación se añade agua hasta completar las 4.000 partes, el baño así obtenido se tampona a pH de 5 con una mezcla de sulfato de sodio y de ácido fórmico y se calienta a 60°, luego se le añade primero 0,5 parte de un humectante comercial y luego 40 partes de una so-
10 lución de orto-fenilfenol (al 30% en agua). En el baño se introducen 100 partes de un género de poliéster, luego se calienta el conjunto a 98° por espacio de 30 minutos y se lo mantiene en esta temperatura durante 1 hora. A continuación se recoge el género del baño, se lo aclara, se lo enjabona, se lo aclara de nuevo y se lo seca. Se obtie-
15 ne una tintura uniforme en matiz amarillo intenso con buenas propiedades de solidez.

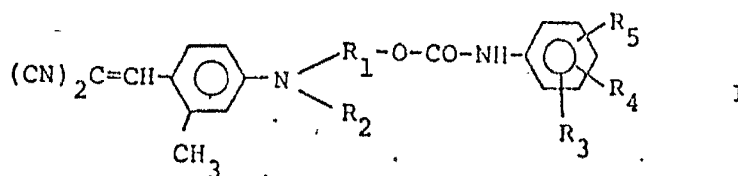
EJEMPLO DE APLICACION B

Se procede de manera análoga a la descrita en el Ejemplo de aplicación A, pero utilizando un género de poliéster previamente
20 fijado durante 30 segundos a 190°, y realizando el teñido en un aparato de tintura abierto a 92°. La tintura conseguida es sustancialmente de la misma calidad que la obtenida en el Ejemplo A.

En resumen la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

Un procedimiento para la producción de nuevos compuestos de estirilo de fórmula I,



- en la que
- R₁ significa alquileo C₂-C₈ o cicloalquileo C₅-C₈,
 - R₂ significa cicloalquilo C₅-C₈, sin sustituir o sustituido por un máximo de tres grupos metilo; o alquilo C₁-C₈, sin sustituir o sustituido por un grupo alcoxi C₁-C₄, alquiltio C₁-C₄, alquil-C₁-C₄-carbonilo, alcoxi-C₁-C₄-carbonilo o por alcoxi-C₁-C₄-carbonilo,
- o bien
- R₃ significa un átomo de hidrógeno o de halógeno, o un radical alquilo C₁-C₄, alcoxi C₁-C₄ o alcoxi-C₁-C₄-carbonilo, y
 - R₄ significa un átomo de halógeno, o un radical ciano, trifluorometilo, cicloalquilo C₅-C₈, alcoxi C₁-C₄, cicloalcoxi C₅-C₈, alquiltio C₁-C₄, cicloalquiltio C₅-C₈, fenilo, fenoxi, feniltio,

1

feniltioalquilo C_1-C_4 , fenilalquilo C_1-C_4 ,
fenoxialquilo C_1-C_4 , fenilazo, alcoxi- C_1-C_4 -
carbonilo, cicloalcoxi- C_5-C_8 -carbonilo, fenoxi-
carbonilo, benzoilo, benzoiloxi, fenoxicarbonil-
oxi, fenilsulfoniloxi, o fenilalquil- C_1-C_4 -tio,

5

o bien R_3 y R_4 se hallan en átomos de carbono adyacentes y, jun-
tamente con éstos, forman un anillo aromático,
carbocíclico o heterocíclico de 5 o 5 miembros,
saturado o sin saturar, teniendo, en caso dado,
un anillo bencénico condensado, y

10

R_5 significa un átomo de hidrógeno, de cloro, de
bromo, o un grupo metilo o metoxi;
cualquier radical alquilo o alcoxi representado
por R_3 o R_4 está, en caso dado, sustituido por
alcoxi C_1-C_4 , por fenilo o por alcoxi- C_1-C_4 -
carbonilo;

15

cualquier radical o mitad cicloalquilo represen-
tado por o contenido en R_3 o R_4 está, en caso
dado, sustituido por un máximo de tres grupos
metilo o por alcoxi C_1-C_4 , por fenilo o por
alcoxi- C_1-C_4 -carbonilo;

20

cualquier radical o mitad fenilo representado
por o contenido en R_4 está, en caso dado, sus-
tituido por un máximo de dos sustituyentes que

25

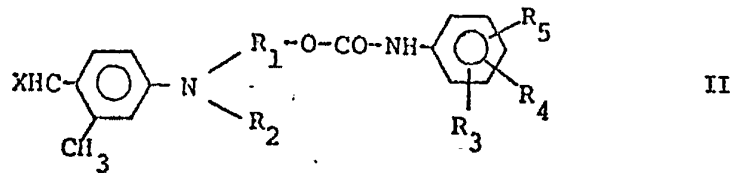


1

se seleccionan entre halógeno, metilo, alcoxi
C₁-C₄ y alcoxi-C₁-C₄-carbonilo, con el requisito
de que cualquier radical alcoxi sustituido por
alcoxi contenga 3 átomos de carbono como mínimo,

5

caracterizándose el procedimiento porque se reacciona, con malono-
nitrilo, un compuesto de fórmula II,



10

en la que R₁ a R₅ son tales como definidas más arriba, y

15

X significa oxígeno o $\text{=NR}_5\text{R}_6\text{A}^\ominus$,

en donde o bien R₅ significa alquilo, y

R₆ significa alquilo o fenilo,

o bien R₅ y R₆, juntas, forma una cadena alqui-

leno de 4 o 5 miembros, y

20

A[⊖] significa un anión. en un disolvente

inerte preferiblemente a una temperatura de 50 a 150° C y

opcionalmente en presencia de una base orgánica.

25

1 2.- Se reivindica por último como objeto sobre el que
ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: UN PROCE-
DIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE NUEVOS COMPUESTOS DE ESTIRILO.

5 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la pre-
sente memoria descriptiva que consta de veintiuna páginas meca-
nografiadas.

Madrid, 3 octubre 1.975

BERNARDO UNGRIA

P.p.)
NU

10

15

20

25
[Handwritten signature]