

Int. Cl.³

C09B3/047

Caso 150-3698

Int. Cl.⁴

C09B

Nº 443.722

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: SANDOZ, AG

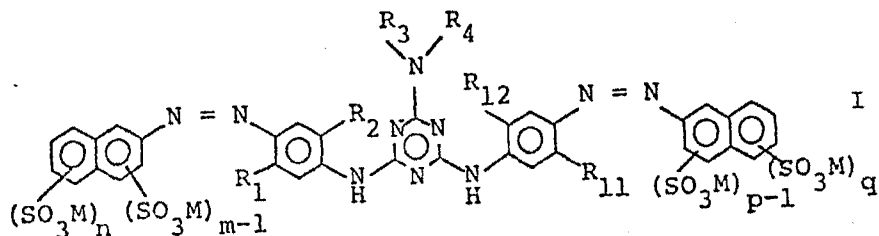
Residencia: Ch-4002, BASILEA (Suiza)

Prioridad: de la solicitud de Patente suiza Nº 17018/74
del 20 de Diciembre 1974

Enunciado: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COMPUESTOS DISAZO QUE CONTIENEN GRUPOS ACIDO SULFONICOS.

La presente invención se refiere a compuestos disazoicos.

La invención proporciona compuestos de fórmula I,



en la que R_1 y R_{11} significan, independientemente la una de la otra, hidrógeno, metilo, metoxi, cloro, $-\text{NHCOCH}_3$ o $-\text{NHCONH}_2$,

R_2 y R_{12} significan, independientemente la una de la otra, hidrógeno, metilo o metoxi,

R_3 significa hidrógeno, alquilo C_1-C_4 , hidroxialquilo- C_2-C_3 o hidroxialquilo- C_2-C_3 o hidroxialquilo- C_2-C_3 o hidroxialquilo- C_2-C_3 ,

R_4 significa alquilo C_1-C_4 , hidroxialquilo C_2-C_3 o hidroxialquilo- C_2-C_3 o hidroxialquilo- C_2-C_3 ,

las M significan, independientemente la una de la otra, hidrógeno, litio, sodio, potasio, $\oplus \text{NH}_4$, $\oplus \text{NH}_2\text{R}'_3\text{R}'_4$ o $\oplus \text{NR}'_5\text{R}'_6\text{R}'_7\text{R}'_8$,

en donde R'_3 y R'_4 tienen, independientemente la una de la otra, el significado de R_3 y R_4 , respectivamente, arriba indicados,

R_5 significa hidrógeno, alquilo C_1-C_4 o hidroxialquilo C_2-C_3 ,



R_6 , R_7 y R_8 significan, independientemente la una de la otra, alquilo C_1-C_4 o hidroxialquilo C_2-C_3 , y m , n , p y q significan, independientemente la una de la otra, 1 o 2.

Los grupos alquilo C_1-C_4 en los compuestos de fórmula I son, de preferencia, metilo o etilo, en particular metilo.

Cualquier sustituyente hidroxilo o hidroxialcoxi en cualquier radical o mitad alquilo C_2-C_3 se halla en la posición 2 o 3 del mismo. Los radicales hidroxialquilo preferidos son el 2- y el 3-hidroxipropilo, así como el 2-hidroxi-etilo, en particular el 2-hidroxi-etilo. El radical hidroxialcoxialquilo preferido es el 2-(2'-hidroxietoxi)-etilo.

Las M preferidas son el sodio, el litio, el amonio y el dietanolamónio.

Los significados preferidos de R_1 y de R_{11} son hidrógeno y metilo, en particular hidrógeno. Los significados preferidos de R_2 y de R_{12} son hidrógeno y metoxi, en particular hidrógeno.

Se prefiere que por lo menos una de R_3 y de R_4 sea hidroxialquilo o hidroxialcoxialquilo, siendo los significados preferidos de R_3 hidrógeno, metilo o 2-hidroxi-etilo, y los de R_4 2-hidroxi-etilo, 2- o 3-hidroxipropilo o 2-(2'-hidroxietoxi)-etilo. Se prefiere asimismo que R_3 y R_4 sean idénticas. Así, en los compuestos más preferidos, R_3 y R_4 significan, cada una, 2-hidroxi-etilo.

R_6 , R_7 y R_8 son, de preferencia, iguales.

En los casos en los que cualquiera de los radicales naftilo



lleva un solo grupo sulfo, éste se halla preferiblemente en la posición 6 del mismo.

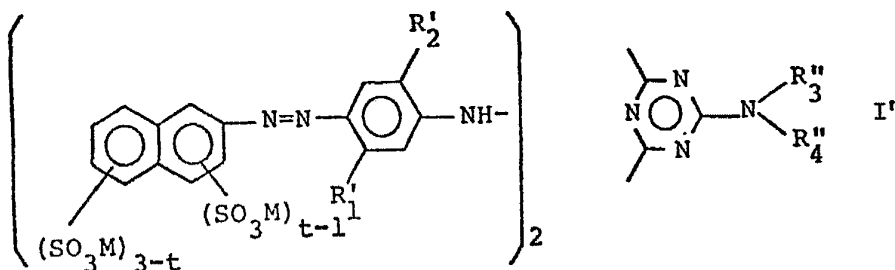
En los casos en los que cualquiera de los radicales naftilo lleva dos grupos sulfo, éstos pueden hallarse, por ejemplo, en las posiciones 1,5; 1,6; 1,7; 3,6; 3,7; 3,8; 4,7; 4,8; 5,7 o 6,8; las posiciones preferidas son 4,8; 5,7 y 6,8, en particular las posiciones 4,8 y 6,8.

En los casos en los que cualquiera de los radicales naftilo lleva tres grupos sulfo, éstos pueden hallarse, por ejemplo, en las posiciones 3,6,8 o 4,6,8.

Los compuestos de fórmula I preferidos llevan cuatro grupos sulfo en total.

En los compuestos de fórmula I, los dos grupos naftilazofenilamino son, de preferencia, idénticos, es decir, R_1 y R_{11} , R_2 y R_{12} , y el número y las posiciones del(los) grupo(s) en cada núcleo naftilo son preferiblemente iguales.

Como clase preferida de los compuestos de fórmula I pueden darse los compuestos de fórmula I',





en la que M es tal como definida más arriba,

R_1^I significa hidrógeno o metilo, preferiblemente hidrógeno,

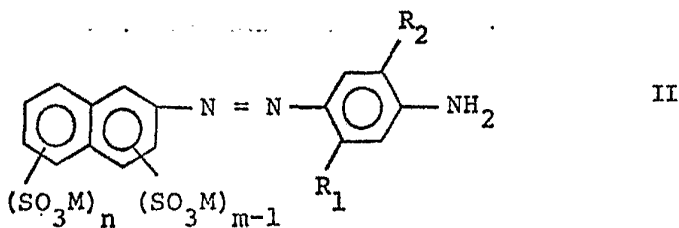
R_2^I significa hidrógeno o metoxi, preferiblemente hidrógeno,

R_3^{II} significa hidrógeno, metilo o 2-hidroxi-etilo,

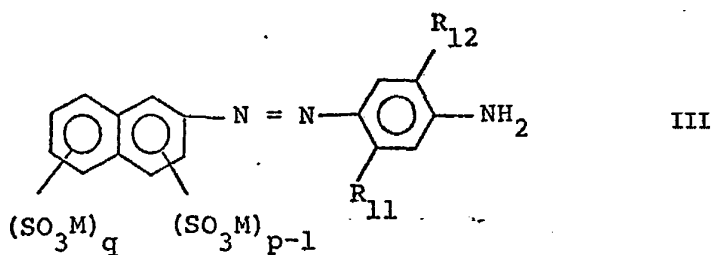
R_4^{II} significa 2-hidroxi-etilo, 2- o 3-hidroxi-propilo o 2-(2'-hidroxi-etoxi)-etilo, preferentemente 2-hidroxi-etilo,

t es 1 o 2, y los grupos sulfo ocupan las posiciones 4,8; 5,7 o 6,8, de preferencia las posiciones 4,8 o 6,8.

La invención proporciona asimismo un procedimiento para la producción de compuestos de fórmula I, caracterizado porque se hace reaccionar, en cualquier secuencia deseada, un halogenuro de cianurilo con un compuesto aminoazoico de fórmula II,



un compuesto aminoazoico de fórmula III,

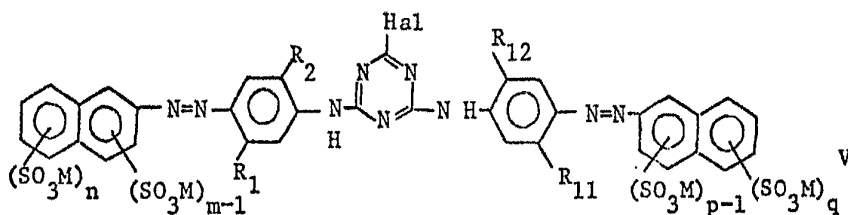


y con una amina HNR_3R_4 , IV.

La relación molar preferida entre halogenuro de cianurilo: compuesto II:compuesto III:amina HNR_3R_4 es de 1:1:1: ≥ 1 .

El procedimiento arriba indicado puede llevarse a cabo de manera habitual. El preferido halogenuro cianúrico es el cloruro y el bromuro, en particular el cloruro. La primera reacción entre el halogenuro de cianurilo y un compuesto II, III o IV se realiza convenientemente a una temperatura comprendida entre 0° y 20°C, preferiblemente a 20°C y, de preferencia, a un pH entre 3 y 6. La segunda reacción (sustitución del segundo halógeno en el halogenuro de cianurilo) se efectúa ventajosamente a una temperatura entre 20° y 70°C, de preferencia entre 60° y 70°C, convenientemente a un pH de 5 a 7. La tercera reacción se realiza ventajosamente a una temperatura entre 70° y 105°C, preferentemente entre 95° y 100°C, y a un pH entre 5,5 y 7,5.

De acuerdo con un esquema preferido de reacción, la amina IV se hace reaccionar, finalmente, con un compuesto V,



en el que Hal significa un átomo de halógeno, preferentemente cloro o bromo, y de mayor preferencia cloro, particularmente cuando los compuestos II y III son idénticos, es decir, el compuesto V es simétrico. Cuando el compuesto V es simétrico, éste se produce ventajosamente mediante reacción simultánea del halogenuro de cianurilo con 2 moles del compuesto II o III, convenientemente en las condiciones descritas más arriba para la sustitución del segundo halógeno del halogenuro de cianurilo.

Los compuestos de las fórmulas II, III y IV o son conocidos o pueden obtenerse de manera convencional a partir de materias de partida disponibles.

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

Como puede apreciarse, al obtenerse el compuesto de fórmula I en la forma de ácido libre, éste puede convertirse en la forma de sal, y vice versa, según se deseara, lo mismo que puede efectuarse la interconversión de una forma de sal en otra.



Los compuestos de fórmula I, en los que por lo menos uno o, de preferencia, todos los grupos sulfo se hallan bajo la forma de una sal que tiene el radical $\text{NH}_2\text{R}'_3\text{R}'_4$, pueden prepararse ventajosamente mediante reacción de una amina IV apropiada con el compuesto de fórmula V en forma de ácido libre, utilizándose la amina IV en una cantidad suficiente para efectuar simultáneamente la sustitución del átomo de halógeno en el compuesto V y la neutralización del grupo(s) sulfo libre(s) contenido(s) en él. Este procedimiento es particularmente recomendado para los casos en los que la amina IV es una alcanolamina o hidroxialcoxialquilamina, puesto que tal procedimiento hace posible la producción directa de preparaciones líquidas acuosas de los compuestos de fórmula I; al utilizar la alcanolamina o hidroxialcoxialquilamina en exceso, tal exceso está presente en la preparación líquida final y sirve como agente de solubilización para el compuesto de fórmula I.

Los compuestos de fórmula I son colorante aniónicos apropiados para la tintura sobre sustratos teñibles con colorantes aniónicos, por ejemplo sustratos celulósicos, tales como el algodón y, en particular, el papel, así como el cuero.

Los compuestos de fórmula I poseen buena solubilidad en agua, inclusive ^{en} agua fría, especialmente cuando están presentes en la forma de sal. Por consiguiente, son eminentemente apropiados para la aplicación en preparaciones de tintura líquidas, acuosas, lo que es de interés particular en la industria de coloración de papel. Las citadas preparaciones de tintura líquidas, que pueden prepararse



de manera habitual, contienen los aditivos convencionales, tales como agentes de solubilización y de estabilización, por ejemplo alcanolaminas, diglicolaminas y amidas, tales como formamida, dimetilformamida, y urea. Las citadas preparaciones de tintura líquidas tienen preferentemente, como es normal, un contenido mínimo en sal. Por consiguiente, cuando se producen tales preparaciones partiendo de una torta de prensado, ésta tendría, de preferencia, un contenido en sal lo mínimo posible, es decir, se utilizaría únicamente la cantidad mínima de sal necesaria para la salificación de los compuestos.

Una preparación de tintura líquida particularmente apropiada tiene, por ejemplo, la composición siguiente:

100 partes en peso de compuesto de fórmula I o de una mezcla del mismo,
1 a 100, de preferencia 1 a 10, partes en peso de sal,
100 a 800 partes en peso de agua,
0 a 500 partes en peso de un agente de solubilización (alcanolamina, hidroxialcoialquilamina, por ejemplo de fórmula IV, amida, por ejemplo formamida o dimetilformamida), y urea en una cantidad de un 0 a un 30% en peso calculado sobre el agua contenida en la preparación.

Las preparaciones líquidas acuosas pueden estar presentes en la forma de suspensiones o, de preferencia, en la forma de auténticas soluciones. Tales soluciones pueden obtenerse bien utilizando los ingredientes en una cantidad tal que proporcionen una auténtica solución, bien mediante filtración de una solución que contiene un sólido.



Los compuestos de fórmula I son idóneos asimismo para ser incorporados a las preparaciones de tintura sólidas, preferentemente para preparaciones en forma de granulado en el que las partículas tienen un tamaño medio superior a 20μ . Aquí también, conviene mantener el contenido en sal lo más bajo posible.

Una preparación de tintura sólida particularmente apropiada contiene lo siguiente:

- 100 partes en peso del compuesto de fórmula I o una mezcla del compuesto de fórmula I,
- 1 a 100, de preferencia 1 a 10, partes en peso de sal,
- 0 a 800 partes en peso de un agente de regulación, por ejemplo almidón, productos de degradación de almidón, dextrina, urea, sosa, azúcar, etc.,
- 0 a 10% en peso de humedad residual.

Las citadas preparaciones de granulado se preparan ventajosamente mediante homogenización del colorante en forma de una torta de prensado (es decir, que contiene sal) junto con un agente de regulación, en agua, y subsiguiente secado por atomizador.

Las preparaciones de tintura sólidas y líquidas descritas más arriba presentan buena estabilidad al almacenaje.

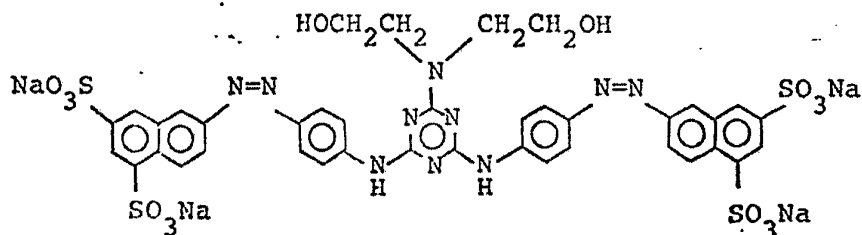
Aplicados sobre papel, los compuestos de fórmula I proporcionan coloraciones en matices amarillos a amarillos rojizos con buenas solideces al agua y a la leche, y con muy buenas solideces a los zumos de fruta, a las aguas minerales dulcificadas y al alcohol. Los papeles coloreados pueden blanquearse, bien por blanqueo oxida-



E J E M P L O 1

Se disuelven, en 300 partes de agua, 81,4 partes del colorante aminoazoico, producido mediante copulación débilmente ácida de ácido 2-aminonaftaleno-5,7-disulfónico diazotado con ácido anilina- ω -metanosulfónico y subsiguiente disociación del resto de ácido ω -metanosulfónico en solución alcalina. A la solución obtenida se añaden en pequeñas porciones, a 20°, 18,5 partes de cloruro de cianurilo, manteniendo el pH a 6 - 6,5 mediante la adición de carbonato de sodio. Tan pronto que la reacción esté prácticamente terminada, se aumenta lentamente la temperatura a 60° - 70°, con lo cual comienza la segunda condensación, es decir, la sustitución del segundo átomo de cloro en el cloruro de cianurilo. Se sigue manteniendo el pH a 6 - 6,5. Al cabo de 2 horas aproximadamente, la reacción está prácticamente terminada. Se ajusta el pH a 7 y se añaden 20 partes de dietanolamina. Seguidamente se calienta a 95° - 100° y se deja hervir durante 3 horas a la citada temperatura. Luego se enfría a 80°, se añaden 20% en volumen de cloruro de sodio y se deja enfriar con agitación. El colorante precipitado se filtra bajo vacío.

En estado frío, el colorante se caracteriza por una solubilidad en agua fría extremadamente alta. El colorante corresponde a la fórmula





El colorante, que posee una sustantividad particularmente elevada, tiñe papel y otras materias de fibras celulósicas en matices amarillos.

E J E M P L O 2

Trabajando según el procedimiento indicado en el Ejemplo 1, pero utilizando ácido 2-aminonaftaleno-4,8-disulfónico en lugar del componente diazoico allí empleado, se obtiene un colorante que proporciona sobre papel u otras materias celulósicas tinturas en matiz amarillo con propiedades tintóreas idénticas a las del colorante que figura en el Ejemplo 1.

E J E M P L O 3 a 7

Se preparan colorantes de acuerdo con los Ejemplos 1 y 2, pero en lugar de las 20 partes de dietanolamina allí empleadas, se utilizan

- 12 partes de mono-etanolamina, o
- 15 partes de N-metil-etanolamina, o
- 20 partes de dietilenglicolamina, o
- 15 partes de 2-hidroxi-propilamina, o
- 15 partes de 3-hidroxi-propilamina.

Los colorantes obtenidos poseen esencialmente propiedades tintóreas similares a las de los compuestos que figuran en el Ejemplo 1 y 2.



Ejemplo No.	Amina diazotable	Componente de copulación
8	ácido 2-aminonaftaleno-5,7-disulfónico	1-amino-2-metoxibenceno
9	do.	1-amino-3-metilbenceno
10	do.	1-amino-2-metoxi-5-metilbenceno
11	do.	1-amino-2,5-dimetilbenceno
12	do.	1-amino-3-clorobenceno
13	do.	3-aminoacetilnilida
14	do.	3-aminofenilurea
15	do.	1-amino-2,5-dimetoxibenceno
16	ácido 2-aminonaftaleno-6,8-disulfónico	anilina
17	do.	1-amino-2-metoxibenceno
18	do.	1-amino-3-metilbenceno
19	do.	1-amino-2-metoxi-5-metilbenceno
20	do.	1-amino-2,5-dimetilbenceno
21	do.	1-amino-3-clorobenceno
22	do.	3-aminoacetilnilida
23	do.	3-aminofenilurea
24	do.	1-amino-2,5-dimetoxibenceno
25	ácido 2-aminonaftaleno-4,8-disulfónico	1-amino-2-metoxibenceno
26	do.	1-amino-3-metilbenceno
27	do.	1-amino-2-metoxi-5-metilbenceno



Ejemplo No.	Amina diazotable	Componente de copulación
28	ácido 2-aminonaftaleno-4,8-disulfónico	1-amino-2,5-dimetilbenceno
29	do.	1-amino-3-clorobenceno
30	do.	3-aminoacetilánilida
31	do.	3-aminofenilurea
32	do.	1-amino-2,5-dimetoxibenceno
33	ácido 2-aminonaftaleno-3,6,8-trisulfónico	anilina
34	do.	1-amino-2-metoxibenceno
35	do.	1-amino-3-metilbenceno
36	do.	1-amino-2-metoxi-5-metilbenceno
37	do.	1-amino-2,5-dimetilbenceno
38	do.	1-amino-3-clorobenceno
39	do.	3-aminoacetilánilida
40	do.	3-aminofenilurea
41	do.	1-amino-2,5-dimetoxibenceno
42	ácido 2-aminonaftaleno-4,6,8-trisulfónico	anilina
43	do.	1-amino-2-metoxibenceno
44	do.	1-amino-3-metilbenceno
45	do.	1-amino-2-metoxi-5-metilbenceno
46	do.	1-amino-2,5-dimetilbenceno
47	do.	1-amino-3-clorobenceno
48	do.	3-aminoacetilánilida



Ejemplo No.	Amina diazotable	Componente de copulación
49	ácido 2-aminonaftaleno-4,6,8-trisulfónico	3-aminofenilurea
50	do.	1-amino-2,5-dimetoxibenceno
51	ácido 2-aminonaftaleno-6-sulfónico	anilina
52	do.	1-amino-2-metoxibenceno
53	do.	1-amino-3-metilbenceno
54	do.	1-amino-2-metoxi-5-metilbenceno
55	do.	1-amino-2,5-dimetilbenceno
56	do.	1-amino-3-clorobenceno
57	do.	3-aminoacetilánilida
58	do.	3-aminofenilurea
59	do.	1-amino-2,5-dimetoxibenceno

De acuerdo con los Ejemplos antes indicados, se obtienen, según los colorantes aminoazoicos utilizados, colorantes simétricos.

Se pueden preparar, sin embargo, también colorantes asimétricos. Como ejemplo puede darse un colorante preparado de acuerdo con las indicaciones dadas en el Ejemplo 1 mediante condensación sucesiva de cloruro de cianurilo, primeramente con ácido 2-aminonaftaleno-6-sulfónico → anilina y luego con ácido 2-aminonaftaleno-3,6,8-trisulfónico → anilina y subsiguiente reacción con dietanolamina.

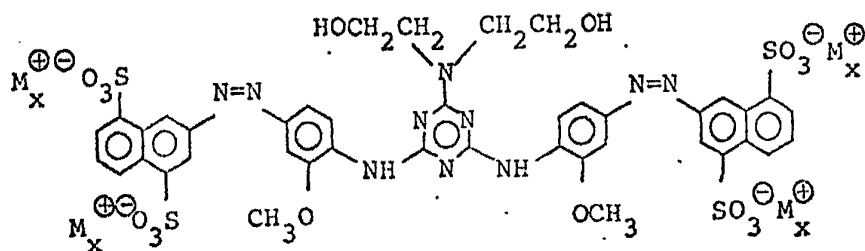


E J E M P L O 60

87,4 partes de un colorante aminoazoico, producido mediante diazoación de ácido 2-aminonaftaleno-4,8-disulfónico y copulación con 1-amino-2-metoxibenceno, se introducen, a una temperatura de 20° y con agitación, en 500 partes de agua y luego se les añaden, en porciones, 18,5 partes de cloruro de cianurilo. Se ajusta el pH a 6 - 6,5 mediante la adición de carbonato de sodio. Terminada la reacción, se sube lentamente la temperatura a 60° - 70°, manteniendo el pH a 6 - 6,5 hasta que la reacción esté finalizada. A continuación se añade ácido clorhídrico al 30% en una cantidad suficiente para que el pH baje a 1. Luego se enfría con agitación, el colorante disazoico precipitado completamente se separa por filtración, y se lo lava con una solución de ácido clorhídrico al 2%. 20 partes del colorante disazoico obtenido, en forma de una torta de prensado del 50% aproximadamente, fuertemente ácida, se agita perfectamente con 45 partes de agua hasta obtenerse una suspensión fina. Seguidamente se neutraliza a un pH de 7 con 20 partes de dietanolamina y se añaden otras 4 partes de dietanolamina. Se calienta la suspensión a 95° - 100° y se la agita a esta temperatura durante 1 hora. Al cabo de este tiempo, la reacción está finalizada, habiéndose formado una solución de colorante cuyo pH es de 7 - 7,5. La solución se deja enfriar con agitación y se le añade agua hasta completar las 110 partes. De este modo se obtiene una solución de colorante auténtica, concentrada, lista para aplicación, que no muestra precipitaciones ni siquiera después de un tiempo prolongado. El colorante preparado corresponde



a la fórmula



en la que cada M_x^{\oplus} significa el catión $H_2N^{\oplus}(CH_2CH_2OH)_2$.

E J E M P L O S , 61 y 62

Siguiendo el Ejemplo 60, pero utilizando 15 partes de mono-etanolamina o bien 24 partes de dietilenoglicolamina en lugar de las 24 partes de dietanolamina allí empleadas, se obtienen 105, respectivamente 80 partes de una solución tintórea auténtica, concentrada, estable.

También los colorantes de los Ejemplos de 1 a 24 y de 26 a 59 pueden transformarse en preparaciones correspondientes, concentradas, líquidas, mediante el procedimiento indicado en los Ejemplos 60 a 62.

E J E M P L O 63

81,4 partes de un colorante aminoazoico análogo al descrito en el Ejemplo 1 se disuelven, con agitación, en 300 partes de agua. Seguidamente se introducen, en porciones y a una temperatura de 20°, 18,4 partes de cloruro de cianurilo, manteniendo el pH a 6 - 6,5 me-



dian­te la adición de carbonato de sodio. Una vez terminada la reacción, se sube lentamente la temperatura a 60° - 70° y se mantiene el pH a 6 - 6,5 hasta que la reacción esté terminada. Luego se añaden 90 partes de ácido clorhídrico al 30% hasta que se alcance el pH de 1. Después de enfriar con agitación, el colorante disazoico precipitado se separa por filtración bajo vacío.

46,3 partes del colorante disazoico obtenido, en forma de una torta de prensade ácida, se disuelven en 450 partes de agua y se lo neutraliza con 8,5 partes de hidróxido de litio monohidratado. Luego se añaden 10,5 partes de dietanolamina, y la solución se calienta a 95° - 100°. Al cabo de 3 horas, la condensación está terminada. De este modo, se obtiene la sal de litio del colorante que figura en el Ejemplo 1, la que posee una buena solubilidad en agua fría.

E J E M P L O 64

Se disuelven 46,3 partes del colorante disazoico utilizado en el Ejemplo 63 en 450 partes de agua y se lo neutraliza con 11 partes de hidróxido de potasio. Seguidamente se añaden 10,5 partes de dietanolamina, y la solución se calienta a 95° - 100°. Al cabo de 3 horas, la condensación está finalizada y a la solución se añaden 5% en volumen de cloruro de potasio. Luego se enfría con agitación y el colorante precipitado se separa por filtración bajo vacío. De este modo, se obtiene la sal de potasio del colorante que figura en el Ejemplo 1.



EJEMPLO DE APLICACION A

En una pila holandesa se molturan 70 partes de celulosa sulfítica químicamente blanqueada (coníferas) y 30 partes de celulosa sulfítica químicamente blanqueada (abedul) en 2.000 partes de agua. En esta masa se pulveriza 0,5 parte del colorante descrito en el Ejemplo 1. Después de un tiempo de mezclado de 20 minutos, a partir de la citada masa se prepara papel. El papel absorbente preparado de este modo está coloreado en un matiz amarillo. Las aguas residuales quedan prácticamente incoloras.

EJEMPLO DE APLICACION B

Se disuelve 0,5 parte del colorante que figura en el Ejemplo 1 en 100 partes de agua. La solución obtenida se añade a 100 partes de celulosa sulfítica químicamente blanqueada, que había sido previamente molturada en una pila holandesa junto con 2.000 partes de agua. Después de un tiempo de mezclado de 15 minutos, se procede al encolado. El papel preparado a partir de esta materia tiene un matiz amarillo con muy buenas solideces al mojado.

EJEMPLO DE APLICACION C

Una tira de papel absorbente de un papel sin encolar se impregna, a 40° - 50°, con una solución tintórea de la siguiente composición:

0,5 parte del colorante del Ejemplo 1,

0,5 parte de almidón, y

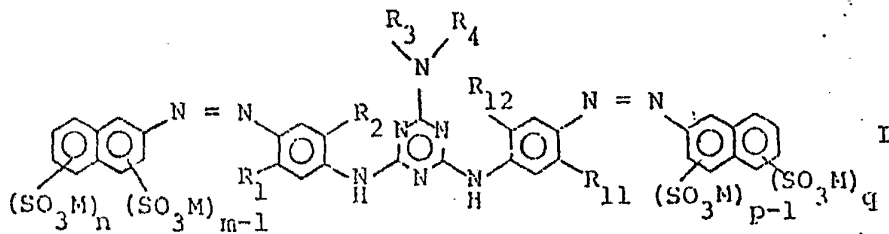
99 partes de agua.

El exceso de la solución tintórea se exprime con ayuda de dos cilindros. La tira de papel secada está coloreada en un matiz amarillo.

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

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la producción de compuestos diazo que contienen grupos ácido sulfónicos de fórmula I,



en la que R₁ y R₁₁ significan, independientemente la una de la otra, hidrógeno, metilo, metoxi, cloro, -NHCOCH₃ o -NHCONH₂,

R₂ y R₁₂ significan, independientemente la una de la otra, hidrógeno, metilo o metoxi,

R₃ significa hidrógeno, alquilo C₁-C₄, hidroxialquilo C₂-C₃ o hidroxialquilo-(alcoxi C₂-C₃)-alquilo C₂-C₃,

R₄ significa alquilo C₁-C₄, hidroxialquilo C₂-C₃ o hidroxialquilo-(alcoxi C₂-C₃)-alquilo C₂-C₃,

las M significan, independientemente la una de la otra, hidrógeno, litio, sodio, potasio, $\oplus\text{NH}_4$, $\oplus\text{NH}_2\text{R}'_3\text{R}'_4$ o $\oplus\text{NR}_5\text{R}_6\text{R}_7\text{R}_8$,

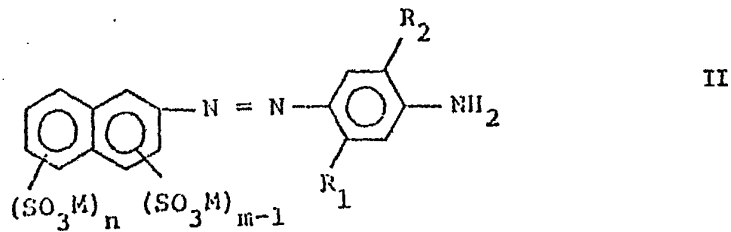
en donde R'_3 y R'_4 tienen, independientemente la una de la otra, el significado de R_3 y R_4 , respectivamente, arriba indicadas,

R_5 significa hidrógeno, alquilo $\text{C}_1\text{-C}_4$ o hidroxialquilo $\text{C}_2\text{-C}_3$,

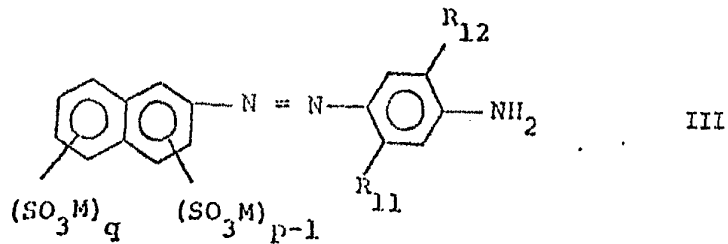
R_6 , R_7 y R_8 significan, independientemente la una de la otra, alquilo $\text{C}_1\text{-C}_4$ o hidroxialquilo $\text{C}_2\text{-C}_3$, y

m, n, p y q significan, independientemente la una de la otra, 1 o 2,

caracterizándose el procedimiento porque se hace reaccionar, en cualquier secuencia deseada, un halogenuro de cianurilo con un compuesto aminoazoico de fórmula II,

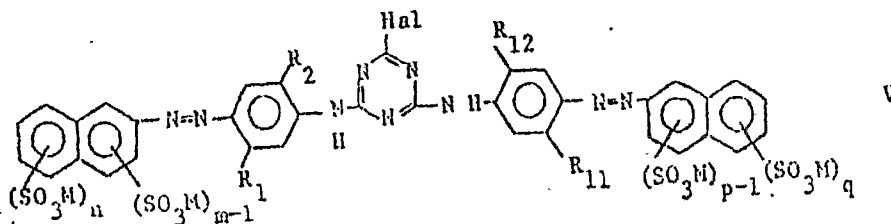


un compuesto aminoazoico de fórmula III,



y con una amina HNR_3R_4 IV para la primera reacción entre el halogenuro de cianurilo y un compuesto de fórmula II, III o IV (sustitución del primer halógeno en el halogenuro de cianurilo) la temperatura es, preferiblemente, de 0 a 20° C y el pH preferido es de 3 a 6; para la sustitución del segundo halogeno en el halogenuro de cianurilo la temperatura es, preferiblemente de 20 a 70° C y el pH preferido es 5 a 7; y para la sustitución del tercer halogeno en el halogenuro de cianurilo la temperatura es, preferiblemente de 70 a 105° C y el pH preferido es de 5,5 a 7,5.

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en que en primer lugar se efectúa la reacción de halogenuro de cianurilo con un compuesto aminozoico de fórmula II o un compuesto aminozoico de fórmula III, según se desee, en segundo lugar se efectúa la reacción del compuesto obtenido en la etapa anterior con un compuesto aminozoico de fórmula III de acuerdo con el compuesto que se haya empleado en la etapa anterior; y en tercer lugar se hace reaccionar el compuesto obtenido en las etapas anteriores de fórmula V



con la amina de fórmula IV indicada en la reivindicación 1.

3. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COMPUESTOS DISAZO QUE CONTIENEN GRUPOS ACIDO SULFONICOS.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veinticinco páginas mecanografiadas.

Madrid, 19 de diciembre de 1.975

BERNARDO UNGRIA

D.P.

