

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial

Concedido el Registro de acuerdo
con los datos que figuran en la pre-
sente descripción y según el con-
tenido de la Memoria adjunta.



ESPAÑA

CAS "E.2476"

PATENTE DE INVENCION

NUMERO
472731
FECHA DE PRESENTACION
22 AGO. 1978

10 A1

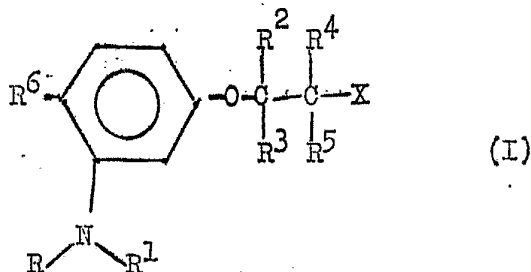
30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
26872 A/77	23 Agosto 1977	Italia
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09B	
70 TITULO DE LA INVENCION		
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS PRODUCTOS INTERME- DIARIOS EN LA OBTENCION DE COLORANTES."		
71 SOLICITANTE (S)		
AZIENDE COLORI NAZIONALI AFFINI ACNA S.p.A.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
1/2. Largo Guido Donegani MILAN (Italia)		
72 INVENTOR (ES)		
Francesco De Feo, Giovanni Burei y Roberto Cipolli.		
73 TITULAR (ES)		
AZIENDE COLORI NAZIONALI AFFINI ACNA S.p.A.		
74 REPRESENTANTE		
D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial.		

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a una nueva clase de intermediarios que se utilizan, predominantemente, en la preparación de colorantes para materiales textiles.

5. En particular el presente invento se refiere a la preparación de los nuevos intermediarios de la fórmula general (I):

10.



en donde

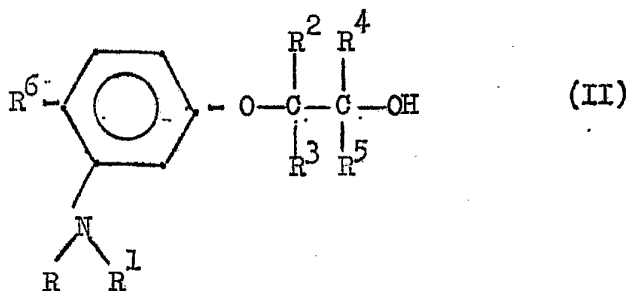
15. R y R', iguales o distintos entre sí, pueden ser H; un alquilo de C₁-C₄ opcionalmente sustituido por grupos de halógeno, CN, CONH₂, COO alquilo C₁-C₄, ariloxilo, alquilo C₁-C₁₂-ariloxilo, alcoxilo C₁-C₄; un aralquilo;
20. R² es H; alquilo C₁-C₁₈; vinilo; halógeno; arilo; aralquilo C₁-C₄; mono- y tri-halogen-metilo; hidroximetilo; acil (C₁-C₄) oximetilo; dialquil (C₁-C₄) amino-metilo; alcoxi C₁-C₄ metilo;
25. R³ es H; alquilo C₁-C₂; halogen alquilo C₁-C₃; trihalogen-metilo; hidroxilo;
- R⁴ es H; alquilo C₁-C₃; halogen-alquilo C₁-C₃; trihalogen-metilo; carbalcoxilo C₁-C₄; carboxilo;

- R^5 es H; alquilo C_1-C_2 ;
dos de R^2, R^3, R^4 y R^5 pueden formar juntos
un ciclo penta o hexa-atómico alifático,
siendo los otros dos H;
5. R^6 es H; halógeno, alquilo C_1-C_4 ; alcoxilo
 C_1-C_4 eventualmente substituido;
- X es CO alquilo C_1-C_{18} eventualmente substi-
tuido por halógeno, COOH, CN; CO alqueno
 C_2-C_{18} ; CO arilo, opcionalmente substi-
tuido; COO alquilo C_1-C_{18} ; COO arilo opcio-
nalmente substituido; COO aralquilo; COO
cicloalquilo; OSO₂ arilo opcionalmente subs-
tituido; OSO₂ alquilo C_1-C_4 ; COHN alquilo
 C_1-C_4 ; COHNhalogenalquilo C_1-C_4 ; COHN
arilo opcionalmente substituido por uno o
mas de los grupos siguientes; halógeno, al-
quilo C_1-C_4 , alcoxilo C_1-C_4 , SO₃H, COOH,
SO₂NH₂, SO₂NH acilo; O alquilo C_1-C_4 opcio-
nalmente substituido por CN, CONH₂, CON
(alquilo C_1-C_4), COOH, COO alquilo C_1-C_4 ;
COOHNO₂ alquilo C_1-C_4 ; COOHNO₂ arilo,
opcionalmente substituido; $\text{O} \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ \text{C} \end{array} \text{C}(\text{Cl})\text{C}(\text{Cl})\text{C} =$
10. O; OCH-O alquilo C_1-C_{18} ; halógeno; N(R^7R^8);
N(NH₂)C-(NH₂)=NH; NHC(NH₂)=NH; N $\begin{array}{c} \text{CO} \\ \diagdown \\ \text{N} \\ \diagup \\ \text{CO} \end{array} R^9$;
15. $\begin{array}{c} \text{CO} \\ \diagdown \\ \text{N} \\ \diagup \\ \text{SO}_2 \end{array} R^9$; N(acilo)₂; OCONH-naftilo opcio-
nalmente substituido por halógeno;
20. -COHN-C₅H₄N; -CON(C₁-C₄ alquilo)₂;
25. R^7 y R^8 iguales o distintos, son alquilo C_1-C_4 ;

juntos pueden formar un ciclo opcional-
mente sustituido o conteniendo otros
heteroátomos;

5. R^9 puede ser alquileo opcionalmente susti-
tuido por COOH , SO_3H , SCH_2COOH ; o arileno
opcionalmente sustituido por COOH , SO_3H
 SO_2NH_2 , SO_2NH acilo.

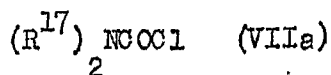
10. Los compuestos intermediarios de la fórmula ge-
neral (I) se sintetiza según reacciones conocidas mediante
condensación o adición de los productos de la fórmula ge-
neral (II):



15.

con reactivos conocidos que tienen las fórmulas generales
siguientes:

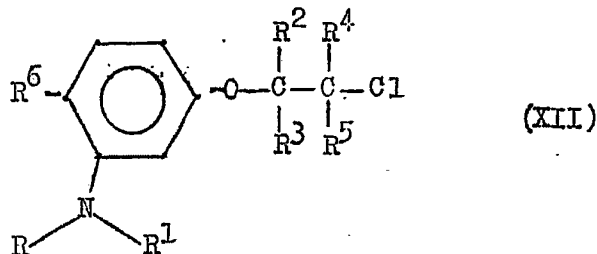
- | | | | |
|-----|---------------------------------------|--|---|
| 20. | $R^{10}\text{CO Cl}$
(III) | $R^{10}\text{COO CH}_3$
(IIIa) | $R^{10}\text{COO C}_2\text{H}_5$
(IIIb) |
| | $(R^{11}\text{CO})_2\text{O}$
(IV) | $R^{12}\text{OCC Cl}$
(V) | $R^{13}\text{SO}_2\text{Cl}$
(VI) |
| 25. | $R^{14}\text{NCO}$
(VII) | $\text{CH}=\text{CH R}^{15}$
(VIII) | $\begin{array}{c} \text{Cl} \quad \text{Cl} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{C}=\text{C} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{O}=\text{CH} \quad \text{C}=\text{O} \\ \quad \quad \quad \text{OH} \end{array}$ (IX) |
| | CH_2OCH_2
(X) | $\text{CH}_3\text{-CH-O-CH}_2$
(XI) | $\text{CH}_2=\text{CH O R}^{16}$
(XIa) |



en donde

R, R¹, R², R³, R⁴, R⁵, R⁶, R⁷, R⁸ y R⁹ tienen el significado antes indicado y

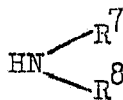
5. R¹⁰ es alquilo C₁-C₁₈ opcionalmente substituido por halógeno o CN; alqueno C₂-C₁₈; arilo opcionalmente substituido;
10. R¹¹ es alquilo C₁-C₁₈; juntos pueden ser un radical de arilo o un puente alifático saturado o insaturado;
- R¹² es alquilo C₁-C₁₈; arilo opcionalmente substituido, aralquilo, cicloalquilo;
- R¹³ es un arilo opcionalmente substituido; alquilo C₁-C₄;
15. R¹⁴ es alquilo C₁-C₄; halogen-alquilo C₁-C₄; arilo; opcionalmente substituido por uno o mas grupos de halógeno, alquilo C₁-C₄, alcoxilo C₁-C₄, SO₃H, COOH; SO₂ alquilo C₁-C₄; SO₂ arilo, opcionalmente substituido; naftilo opcionalmente substituido por halógeno;
20. R¹⁵ es CN, CONH₂, CON(alquilo C₁-C₄)₂, COOH, COO alquilo C₁-C₄;
- R¹⁶ es alquilo C₁-C₁₈;
- R¹⁷ es alquilo C₁-C₄;
25. o mediante condensación de los productos que tienen la fórmula general (XII):
-



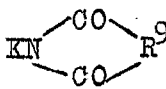
5.

obtenibles, por ejemplo, a partir de los intermediarios de la fórmula general (II) por reacción con POCl_3 , según el procedimiento descrito en los ejemplos, con derivados que tienen las fórmulas generales:

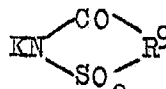
10.



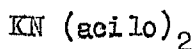
(XIII)



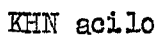
(XIV)



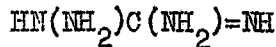
(XV)



(XVI)

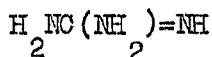


(XVIa)



(XVII)

15.



(XVIII)

en donde:

R , R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 , R^6 , R^7 , R^8 y R^9 tienen

el significado antes indicado.

20.

Las reacciones de los compuestos que tienen las fórmulas generales (II) y (XII) con los reactivos que tienen estructuras comprendidas en las fórmulas de (III) a (XIa) y de (XIII) a (XVIII) respectivamente,

se llevan a cabo, usualmente, en presencia de disolventes

25.

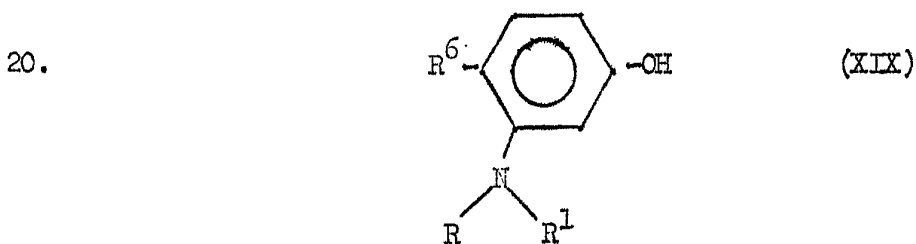
apróticos, tal como benceno, tolueno, xileno, clorobenceno, ortodichlorobenceno, piridina, dimetilformamida, dimetilacetamida, sulfóxido de dimetilo, hexametilfosforamida, a temperaturas comprendidas entre 0 y 140°C en presencia

- o en ausencia de aceptores de hidrógeno, tal como trietilamina, o de catalizadores básicos, tal como sales amónicas cuaternarias o piridina, llevándose a cabo generalmente la separación del producto de la masa reaccional en condiciones frías mediante simple filtración.
- 5.

Los productos así obtenidos tienen, usualmente, un elevado grado de pureza y se utilizan tal cual en la etapa de síntesis sucesiva a colorante.

- Estos intermediarios, en efecto, se utilizan principalmente para preparar colorantes dispersos del tipo estirilo o del tipo azo. Además es posible obtener colorantes azoicos ácidos, colorantes directos, colorantes disolventes y colorantes catiónicos aptos para la tinción de fibras acrílicas.
- 10.

- Los intermediarios de la fórmula general (II) se conocen en parte y pueden sintetizarse mediante reacción de oxietilación de los fenoles que tienen la fórmula general (XIX):
- 15.



en donde

25. R, R¹ y R⁶ tienen el significado antes indicado, por ejemplo con óxido de etileno o etilen-clorhidrina y sus derivados, según el método ilustrado por Butler y Renfrew, J. Am. Chem. Soc. 60 (1938) 1582-85. El empleo de los intermediarios de la fórmula general (I) para la

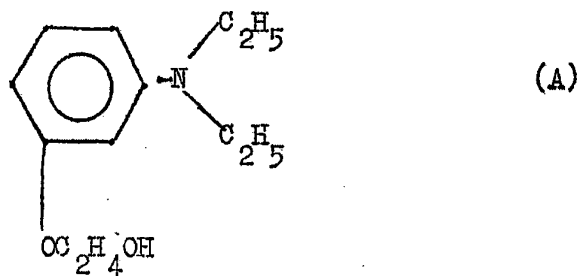
preparación de los colorantes antes citados se describe en otras solicitudes copendientes de la misma petición.

Los ejemplos que siguen se ofrecen para ilustrar las características del presente invento, sin que impliquen limitación del mismo.

A menos que se indique de otro modo "partes" se entienden expresadas en unidad de peso.

EJEMPLO 1

10. 41,8 partes del intermediario (A):



15.

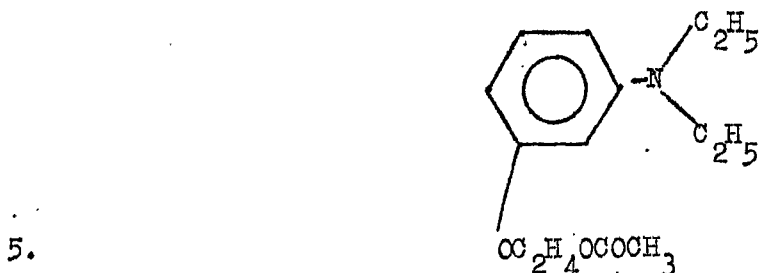
y 30 partes de anhídrido acético se mantuvieron en reflujo durante 2 horas, controlando el desarrollo de la reacción mediante análisis cromatográfico de capa delgada

20.

(vehículo: gel de sílice; eluyente : tolueno 30, acetato de etilo 10, piridina 8, NH_4OH 2 en volumen) y luego revelando la placa cromatográfica con una solución de sal de diazonio. Por último se dejó enfriar la solución hasta la temperatura del ambiente, después de lo cual se

25.

virtió en 300 partes de hielo bajo agitación intensa. El precipitado resultante se separó por filtración, se lavó con agua hasta pH neutro y se secó en aire. Se recuperaron 42,3 partes del intermediario



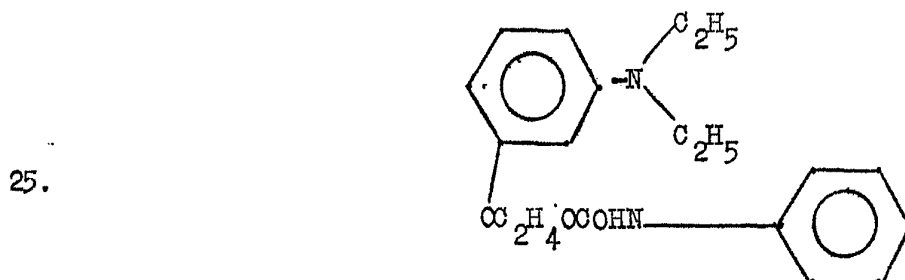
en forma de un polvo gris-rosa, con el análisis elemental siguiente:

Calculado %	66,906	8,422	5,573
	C	H	N
10. Hallado %	66,4	8,35	5,49

EJEMPLO 2

15. Se hicieron reaccionar 20,9 partes del intermedio (A) del ejemplo 1 con 12,5 partes de isocianato de fenilo en presencia de 60 cc de orto-diclorobenceno a una temperatura de 80°C. La reacción se controló mediante análisis cromatográfico de capa delgada llevado a cabo de conformidad con el ejemplo 1; al término de la adición, que duró unas 2 horas, se dejó enfriar la solución bajo agitación y se separó el precipitado resultante por filtración

20. y se lavó con una pequeña cantidad de éter de petróleo. Se recuperaron 28,2 partes del producto;



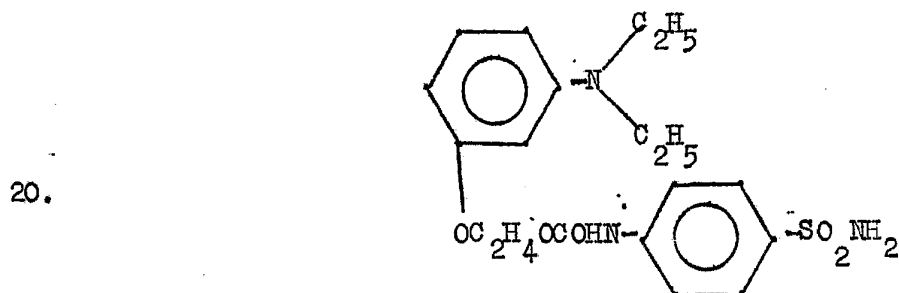
en forma de un polvo blanco, con un punto de fusión = 114-116°C y el análisis elemental siguiente:

Calculado %	69,488	7,366	8,531
	C	H	N
Hallado %	69,6	7,3	8,5

5. Se adicionaron 23,6 partes de este intermedio en pequeñas porciones - de modo que se mantuviera la temperatura por debajo de 40°C - a 87 partes de clorhidrina sulfúrica.

10. Luego se calentó la masa 2 horas a 40°C, se enfrió hasta 0°C y por último se vertió sobre 200 partes de hielo. El sulfocloruro resultante se separó por filtración y se hizo reaccionar con 150 cc de NH₄OH, bajo intensa agitación, a 20°C durante 8 horas.

15. En primer lugar se obtuvo una solución completa después de lo cual se formó un precipitado, que se filtró y lavo con agua. Se secó la torta resultante, recuperándose así 14,3 partes del intermedio;



en forma de un polvo blanco con un punto de fusión = 193-194°C, y el análisis elemental siguiente:

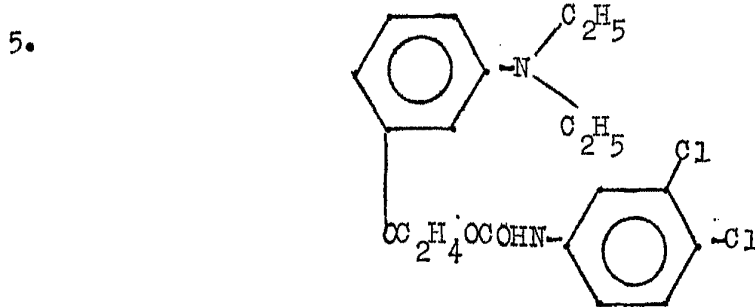
25. Calculado %	56,002	6,184	10,313
	C	H	N
Hallado %	55,6	6,08	10,2

EJEMPLO 3

Siguiendo exactamente el método descrito en

el ejemplo 2 se hicieron reaccionar 20,9 partes del intermediario (A) del ejemplo 1 con 19,5 partes de 3,4-dicloro-fenil-isocianato en 60 cc de orto-diclorobenceno.

Se recuperaron 37,2 partes del intermediario:

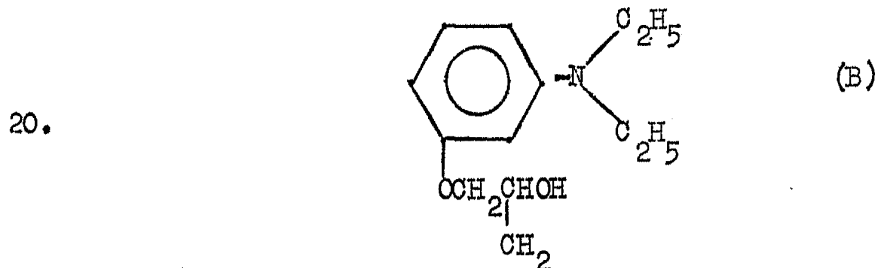


10. en forma de un polvo cristalino blanco con un punto de fusión = 123,5 - 125°C y el análisis elemental siguiente:

Calculado %	57,438	5,581	7,052	17,848
	C	H	N	Cl
Hallado %	57,4	5,6	7,0	18,3

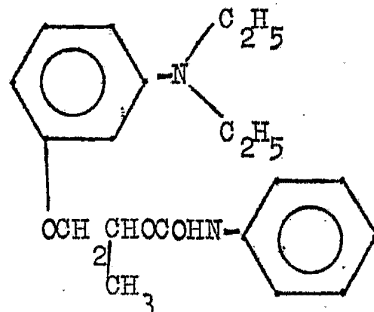
15. EJEMPLO 4

Siguiendo el método descrito en el ejemplo 2 se hicieron reaccionar 22,3 partes del intermediario (B):



con 12,5 partes de fenil-isocianato en ausencia de disolvente. Se recuperaron 31,3 partes del intermediario:

5.



en forma de un polvo cristalino blanco con un punto de fusión = 87-89°C y el análisis elemental siguiente:

Calculado % 70,149 7,653 8,181

10.

	C	H	N
Hallado %	70,1	7,8	8,2

Se adicionaron en pequeñas porciones 25,7 partes de este intermedario, para mantener una temperatura inferior a 40°C, a 87 partes de clorhidrina sulfúrica. Luego se calentó la masa hasta 40°C durante 2 horas, se enfrió hasta

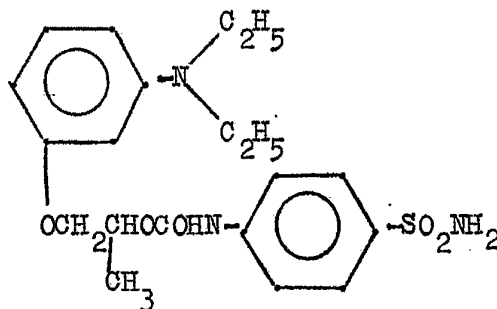
15.

0°C y por último se vertió en 200 partes de hielo. Se separó el sulfocloruro resultante por filtración y se hizo reaccionar con 150 partes de NH_4OH bajo intensa agitación durante alrededor de 8 horas a 20°C. Se obtuvo primero una

20.

solución y luego se formó un precipitado que se separó por filtración y se lavó con agua. Por secado de la torta se recuperó 18,7 partes del intermedario:

25.



en forma de un polvo blanco con un punto de fusión = 97-100°C y el análisis elemental siguiente:

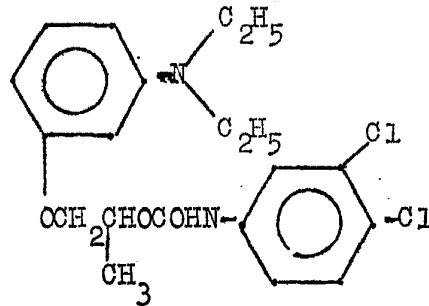
Calculado %	56,988	6,457	9,969
	C	H	N
5. Hallado %	56,2	6,2	9,82

EJEMPLO 5

Se hicieron reaccionar 22,3 partes del intermedio (B) del ejemplo 4 con 19,5 partes de 3,4-dicloro-fenil-isocianato en presencia de 50 cc de orto-diclorobenceno según las modalidades descritas en el ejemplo 1.

Se recuperaron 38,2 partes del intermediario:

15.



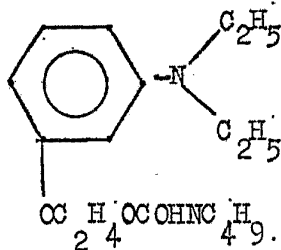
en forma de un polvo cristalino blanco con la composición elemental siguiente:

20. Calculado %	58,399	5,881	6,811	17,240
	C	H	N	Cl
Hallado %	58,1	5,82	6,47	17,9

EJEMPLO 6.

Se hicieron reaccionar 20,9 partes del intermedio (A) del ejemplo 1 y 11,0 partes de butil-isocianato según las modalidades descritas en el ejemplo 2, en ausencia de disolvente.

Se recuperaron 26,4 partes del intermediario



5.

en forma de un polvo cristalino blanco, con un punto de fusión = 64-65°C y el análisis elemental siguiente:

Calculado %	66,203	9,151	9,083
	C	H	N

10.

Hallado %	66,3	9,7	9,2
-----------	------	-----	-----

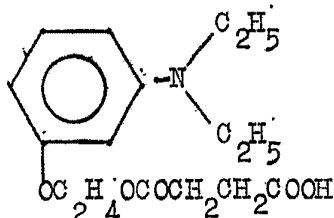
EJEMPLO 7

15.

Se hicieron reaccionar 20,9 partes del intermedio (A) del ejemplo 1 en 60 cc de xileno con 12 partes de anhídrido succínico y 2,0 partes de piridina a 90°C durante 4 horas, comprobando el desarrollo de la reacción mediante un análisis cromatográfico de capa delgada (vehículo : gel de sílice; eluentes: alcohol butílico 20, alcohol isopropílico 20, ácido acético 10, agua 10 partes en volumen) y revelando luego la placa cromatográfica con una solución de una sal de diazonio .

20.

Después de la destilación del disolvente se recuperaron 28,2 partes del intermedio:



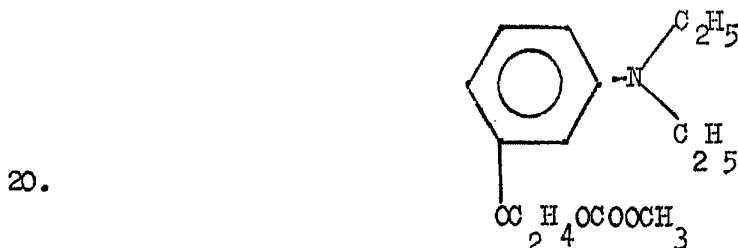
25.

en forma de un líquido denso de color púrpura con el análisis elemental siguiente:

Calculado %	62,119	7,494	4,528
	C	H	N
Hallado %	61,7	7,31	4,12

EJEMPLO 8

5. Se disolvieron 20,9 partes del intermediario (A) del ejemplo 1 con 50 cc de piridina; se enfrió la solución hasta 0-10°C, después de lo cual se adicionaron gradualmente 20 cc de cloroformato de metilo. La reacción se controló mediante un análisis cromatográfico de capa delgada (bajo las condiciones especificadas en el ejemplo 1), manteniendo el conjunto a 0-10°C durante unas 3 horas, después de lo cual se vertió la solución en 400 partes de agua, se transfirió a un embudo separador y se extrajo con éter etílico. Después de la destilación del disolvente se recuperaron 25,4 partes del intermediario:



en forma de un líquido naranja-pardo con el análisis elemental siguiente:

Calculado %	62,901	7,918	5,240
	C	H	N
Hallado %	62,3	7,58	5,28

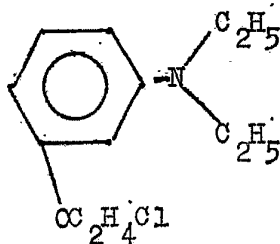
EJEMPLO 9

Se adicionaron 209 partes del intermediario (A) del ejemplo 1, a 35°C, con 153 partes de POCl₃, des-

pués de lo cual se calentó la mezcla a 80°C durante 1 hora.

Después del enfriamiento a la temperatura del ambiente se vertió la masa sobre 500 partes de hielo y 100 partes de agua y se alcalinizó con hidrato sódico al 20 %.

5. Se agitó durante unos 30 minutos, se transfirió luego la masa a un embudo separador y se trató con 50 partes de NaCl para favorecer la separación de las dos fases. Se recuperó la fase superior orgánica y se sometió a un proceso de rectificación para recuperar 180 partes del intermediario:



que se recogió, en forma de un aceite denso de color rojo parduzco, a 128-131°C, bajo un vacío de 3,5 mm de Hg.

El producto exhibió el análisis elemental siguiente:

20.

Calculado %	63,288	7,967	6,151	15,569
	C	H	N	Cl
Hallado %	62,4	7,9	6,5	15,7

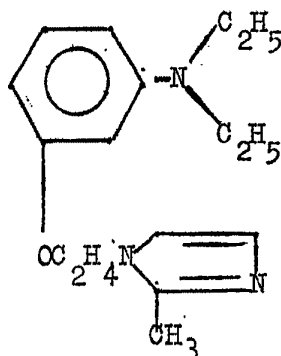
EJEMPLO 10

25. Se hizo reaccionar a 115°C, durante 4-5 horas 68,3 partes del intermediario del ejemplo 9, 82,1 partes de 2-metilimidazol y 38,3 partes de trietilamina en 300 cc de monoclorobenceno.

Al término de la reacción se dejó enfriar la

masa a la temperatura del ambiente, después de lo cual se filtraron los cristales de clorhidrato de trietilamina lavando la torta con 50 cc de monoclorobenceno. La solución, con un color pardo, se sometió a destilación.

5. Se recuperaron 72 partes del producto:



10.

que precipito, por enfriamiento, en forma de un polvo pardo con un punto de fusión de 42-46°C y el análisis elemental siguiente:

15.

Calculado % =	70,295	8,480	15,372
	C	H	N
Hallado %	69,6	8,2	15,7

EJEMPLO 11

20.

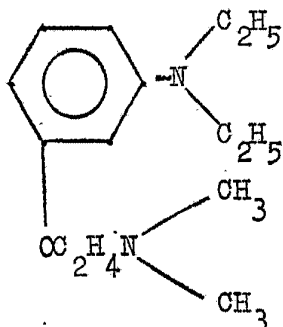
68,3 partes del intermediario del ejemplo

9, 45,1 partes de dimetilamina y 38,3 partes de trietilamina se hicieron reaccionar a 115°C en 300 cc de monoclorobenceno durante 4-5 horas en una autoclave, a una presión máxima de 2,5 atm. Luego se dejó enfriar la masa a la temperatura del ambiente y el líquido oscuro recogido se dispuso en un embudo separador. La fase líquida se extrajo repetidamente con HCl diluido; luego se trató la solución ácido acuosa con NaOH al 30% y se llevó a pH = 10; por último se separó la fase acuosa mediante un em-

25.

budo separador. Por destilación de la fase orgánica se recuperaron 56,4 partes del intermediario:

5.



en forma de un líquido pardo oscuro que exhibió el análisis elemental siguiente:

10.

Calculado %	71,143	10,235	11,853
	C	H	N
Hallado %	70,9	10,4	12,02

EJEMPLO 12

15.

Se adicionaron 36 partes de ftalimida potásica a 120 cc de sulfóxido de dimetilo; se calentó la mezcla a 95°C y a esta temperatura se adicionó, durante 1 hora, una solución constituida por 33,0 partes del intermediario del ejemplo 9 y 30 cc de sulfóxido de dimetilo.

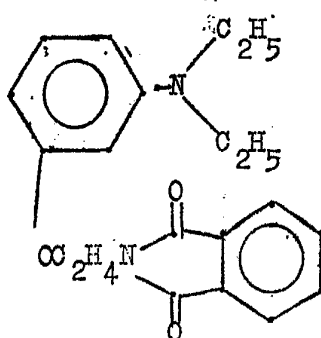
20.

La temperatura se llevó a 100°C y se agitó la masa a esta temperatura durante 6 horas, controlándose el desarrollo de la reacción mediante análisis cromatográfico de capa delgada (según las condiciones expuestas en el ejemplo 1). Se enfrió a la temperatura del ambiente y

25.

se vertió la masa en 400 partes de hielo: el precipitado resultante se separó por filtración y se lavó con agua. Mediante secado de la torta se obtuvieron 43,6 partes del intermediario:

5.



en forma de un polvo cristalino amarillo, con un punto de fusión = 124-125°C y el análisis elemental siguiente:

10.

Calculado %	70,984	6,553	8,279
	C	H	N
Hallado %	70,6	6,5	8,1

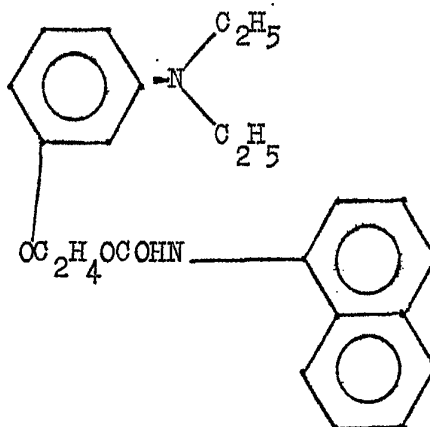
EJEMPLO 13

15.

Siguiendo exactamente el procedimiento descrito en el ejemplo 2, se hicieron reaccionar 20,9 partes del intermediario (A) del ejemplo 1 con 16,9 partes de naftil-isocianato en 30 cc de ortodichlorobenceno.

Se recuperaron 33,9 partes del intermediario:

20.



25.

en forma de un polvo cristalino blanco con un punto de fusión = 103-106°C y el análisis elemental siguiente:

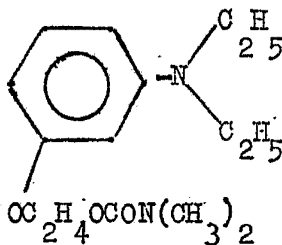
Calculado %	73,01	6,88	7,4
	C	H	N
Hallado %	73,05	6,85	7,38

EJEMPLO 14

5. Se hicieron reaccionar 20,9 partes del intermedio (A) del ejemplo 1, 22 partes de cloruro de dimetil-carbamoilo y 11 partes de trietilamina a 100°C en 40 cc de ortodichlorobenceno durante 6-7 horas.

10. Al término de la reacción se dejó enfriar la masa a la temperatura del ambiente y luego se filtró con la separación simultánea del disolvente.

15. Se disolvió de nuevo la torta con agua, se agitó la dispersión durante 1 hora, luego se filtró y se lavó con agua. Mediante el secado de la torta se recuperaron 42 partes del intermedio;



20. en forma de un polvo blanco grisáceo con un punto de fusión = 56 - 58°C y el análisis elemental siguiente:

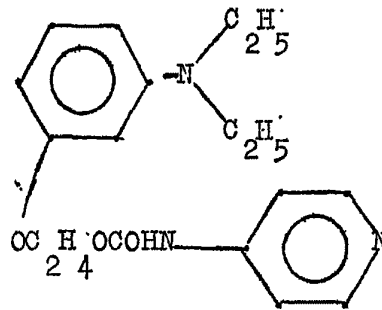
Calculado %	64,28	8,57	10,0
	C	H	N
Hallado %	64,2	8,49	9,88

EJEMPLO 15

25. Se trataron 14,8 partes de isonicotinilazida con tolueno hirviente hasta la completa separación del nitrógeno.

Al término de la generación de nitrógeno (unos 20 minutos), se adicionaron 20,9 partes del intermedio (A) del ejemplo 1 a la solución toluénica del piridin-isocianato que se había formado y luego se agitó la masa durante unas 4 horas, siempre a la temperatura de ebullición. Luego el conjunto se dejó enfriar a la temperatura del ambiente y se separó el precipitado resultante por filtración y se lavó con un poco de éter de petróleo. Después de secado se recuperaron 29,6 partes del intermedio:

10.



15.

en forma de un sólido cristalino, con un punto de fusión = 167,5 - 168,5°C y el análisis elemental siguiente:

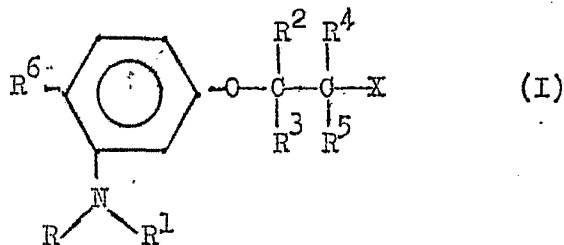
Calculado %	65,65	6,99	14,59
	C	H	N
20. Hallado %	66,1	7,05	14,6
	= . =		

REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones.

25.

1. Un procedimiento para la preparación de nuevos productos intermedarios para la obtención de colorantes. cuyos intermedarios presentan la fórmula general (I)



5.

en donde

R y R¹, iguales o distintos, pueden ser H; alquilo C₁-C₄ opcionalmente substituido por grupos de halógeno, CN, CONH₂, COO alquilo

10.

C₁-C₄, ariloxilo, alquilo C₁-C₄ ariloxilo, alcoxilo C₁-C₄; aralquilo;

R² es H; alquilo C₁-C₁₈; vinilo; halógeno, arilo; aralquilo C₁-C₄; mono- y tri-halogen-metilo; hidroximetilo; acil(C₁-C₄)oximetilo; dialquilo-(C₁-C₄)aminometilo; alcoxi(C₁-C₄)metilo;

15.

R³ es H; alquilo C₁-C₂; halogen-alquilo C₁-C₃; trihalogen-metilo; hidroxilo;

R⁴ es H, alquilo C₁-C₃; halogen-alquilo C₁-C₃; trihalogen-metilo; carbalcoxilo C₁-C₄; carboxilo;

20.

R⁵ es H, alquilo C₁-C₂; dos de R², R³, R⁴ y R⁵ pueden formar juntos un ciclo alifático penta o hexa-atómico, siendo los otros dos H;

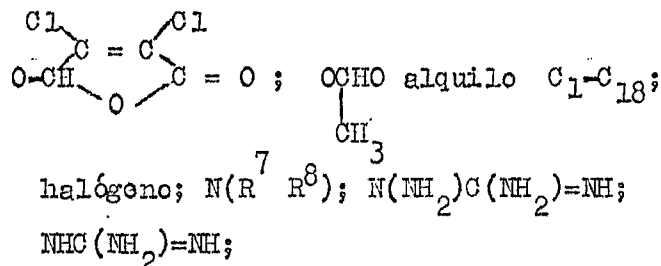
25.

R⁶ es H; halógeno; alquilo C₁-C₄; alcoxilo C₁-C₄ opcionalmente substituido;

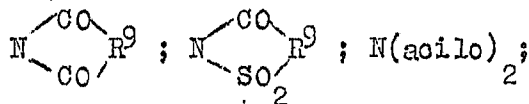
X es COO alquilo C₁-C₁₈; opcionalmente substituido por halógeno, COOH, CN; COO alqueno

5. C_2-C_{18} ; OCO arilo opcionalmente substituido;
 OCOO alquilo C_1-C_{18} ; OCOO arilo opcionalmente substituido; OCOO aralquilo, OCOO cicloalquilo; OSO₂ arilo opcionalmente substituido; OSO₂ alquilo C_1-C_4 ; COHN alquilo C_1-C_4 ; COHN halogen-alquilo C_1-C_4 ; COHN arilo opcionalmente substituido por uno o mas de los grupos siguientes: halógeno, alquilo C_1-C_4 , alcoxilo C_1-C_4 , SO₃H, COOH, SO₂NH₂, SO₂NH acilo; O alquilo C_1-C_4 opcionalmente substituido por CN, CONH₂, CON(alquilo C_1-C_4)₂, COOH, COO alquilo C_1-C_4 ; COHNO₂^S alquilo C_1-C_4 ; CONHO₂^S arilo opcionalmente substituido;

15.



20.



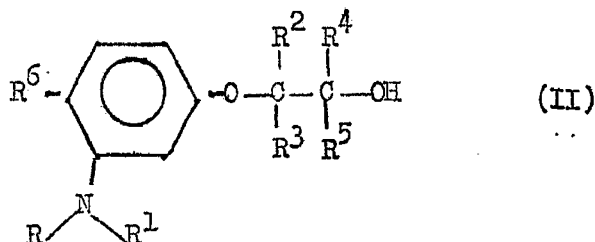
-CONH-naftilo, opcionalmente substituido por halógeno; -CONH-C₅H₄N; -CON(C₁-C₄ alquilo)₂;

25.

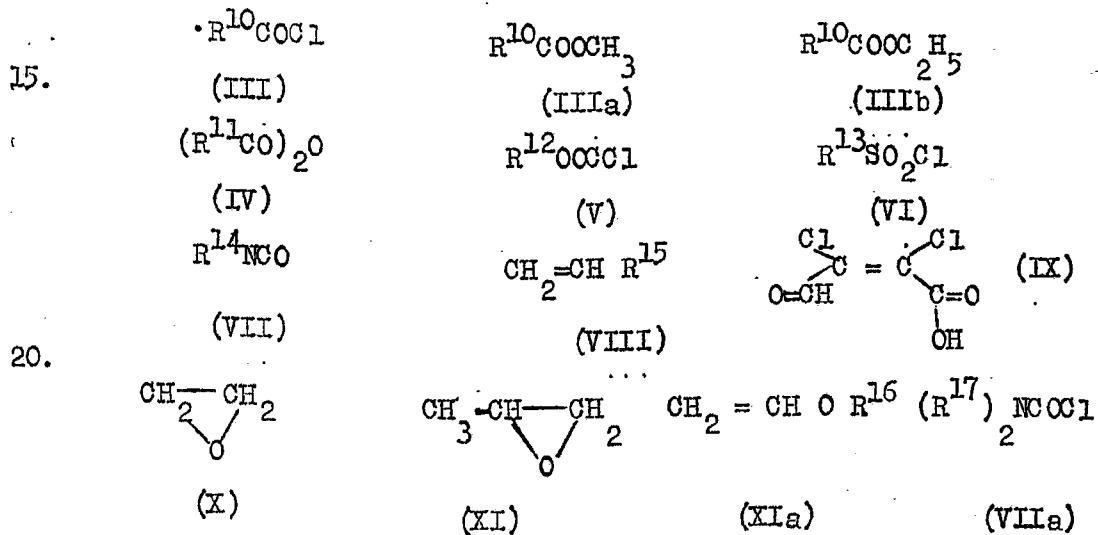
R⁷ y R⁸ iguales o distintos entre sí, son alquilo C_1-C_4 ; juntos pueden formar un ciclo, opcionalmente substituido o conteniendo otros heteroátomos;

R⁹ puede ser alquileno, opcionalmente subs-

tituido por COOH, SO₃H, SCH₂COOH; o ari-
leno opcionalmente substituido por
COOH, SO₃H, SO₂NH₂, SO₂NH acilo,
caracterizado porque se hacen reaccionar por condensación
5. o adición, los productos que tienen la fórmula general
(II):



con reactivos que tienen las fórmulas generales siguien-
tes:

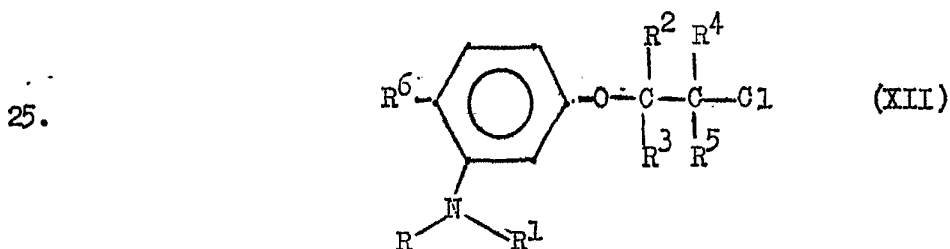


en donde

25. R, R¹, R², R³, R⁴, R⁵, R⁶, R⁷, R⁸ y R⁹ tienen
el significado antes indicado, y
R¹⁰ es alquilo C₁-C₁₈ opcionalmente substitui-
do por halógeno o CN; alqueno C₂-C₁₈;

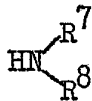
- arilo opcionalmente substituido;
5. R^{11} es alquilo C_1-C_{18} ; juntos pueden ser un radical de arileno o un puente alifático saturado o insaturado;
- R^{12} es alquilo C_1-C_{18} ; arilo opcionalmente substituido; aralquilo; cicloalquilo;
- R^{13} es arilo opcionalmente substituido; alquilo C_1-C_4 ;
10. R^{14} es alquilo C_1-C_4 ; halogen-alquilo C_1-C_4 ; arilo opcionalmente substituido por uno o mas de los grupos siguientes: halógeno, alquilo C_1-C_4 , alcoxilo C_1-C_4 , SO_3H , $COOH$; SO_2 alquilo C_1-C_4 ; SO_2 arilo opcionalmente substituido; naftilo opcionalmente substituido por halógeno;
15. R^{15} C_5H_4N ; es CN , $CONH_2$, $CON(\text{alquilo } C_1-C_4)_2$, $COOH$, COO alquilo C_1-C_4 ;
- R^{16} es alquilo C_1-C_{18} ;
20. R^{17} es alquilo C_1-C_4 ;

o mediante condensación de los productos de la fórmula general (XII):

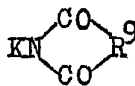


obtenible, eventualmente a partir de los intermediarios de la fórmula general (II) por reacción con $POCl_3$, con

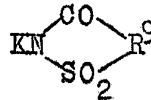
derivados que tienen las fórmulas generales siguientes:



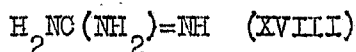
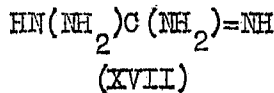
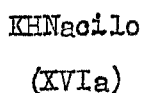
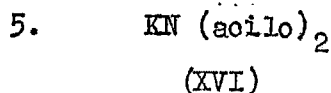
(XIII)



(XIV)



(XV)



en donde

$R, R^1, R^2, R^3, R^4, R^5, R^6, R^7, R^8$ y R^9 tienen

10. el significado antes indicado.

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las reacciones entre los citados compuestos de la fórmula general (II) y (XII) con los citados reactivos que tienen una estructura comprendida en las fórmulas de (III) a (XIa) y de (XIII) a (XVIII) respectivamente, se llevan a cabo, generalmente, en presencia de disolventes apróticos tal como benceno, tolueno, xileno, clorobenceno, orto-diclorobenceno, piridina, dimetilformamida, dimetilacetamida, sulfoxido de dimetilo, hexametilfosforamida, a temperaturas comprendidas entre 0 y 140°C, en presencia o en ausencia de aceptores de hidrógeno, tal como trietilamina, o catalizadores básicos, tal como sales amónicas cuaternarias o piridina.

25. 3. Un procedimiento para la preparación de nuevos productos intermedios en la obtención de colorantes.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 27 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 22 Agosto 1978

p.a.

p.p. JAIME ISERN

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'JAIME ISERN', written over a horizontal line.

Firmado: JOSE F. NIETO