



312396

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA PIGMENTAR MATERIAS ORGANICAS DE ALTO PESO MOLECULAR", a favor de la firma J.R. GEIGY, A.G., residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para pigmentar materias orgánicas, de alto peso molecular, nuevos pigmentos utilizables para ello, así como procedimiento para su preparación. La invención se refiere como

5. producto industrial asimismo al material orgánico, de alto peso molecular, teñido.

Es conocido, que materias orgánicas, de alto peso molecular, se pueden pigmentar con 1,3-bis-arilimino-iso-indolinas, cuyos grupos arilamino se derivan de aminas heterocíclicas. La fuerte coloración y la solidez de estas pig-

10.



312396

mentaciones, en especial la solidez a los disolventes, al sobrecamizado, a la migración y a la luz no bastan sin embargo a las exigencias de hoy. Además estas 1,3-anilimino-isoindolinas con radical de anillo heterocíclico en roce con el óxido de cinc tienen la desventaja de una remarcada variación en el

5. tono de color, con lo que es proporcional el tiempo de roce, estas propiedades indeseadas tampoco se eliminan mediante halogenación en la posición 4,5 6 y 7 del anillo isoindolínico.

Además, se ha mostrado que las 1,3-bis-fenilimino-iso-

10. indolinas utilizables, como productos intermedios para síntesis de los colorantes estalocianínicos cuyo radical bencénico del anillo isoindolínico está sin sustituir, aun cuando sus grupos fenilimínico estén sustituidos en el anillo no ionógeno, poseen malas propiedades de pigmentación,

15. en especial mala solidez a la luz y a los disolventes así como poca intensidad de color. Su intensidad de color es incluso todavía inferior a la de las 1,3-bis-anilimino-isoindolinas con grupos anilimino heterocíclicos.

De estos hechos se infirió, que la pigmentación de

20. materias orgánicas de alto peso molecular con 4,5,6,7-tetrahalogen-1,3-bis-fenilimino-isoindolinas, cuyos radicales fenílicos están sustituidos no ionógenos o condensados, apenas muestran mejores propiedades que aquellas con un radical bencénico no halogenado del anillo isoindolínico.

25.

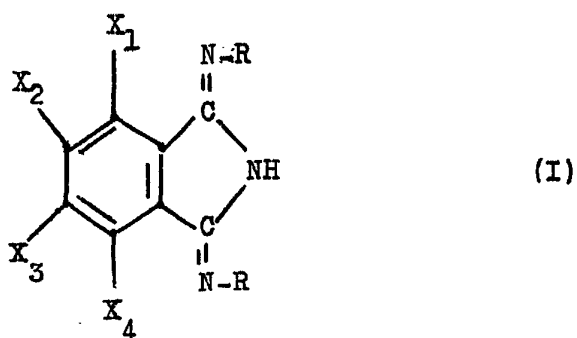
Sin embargo se ha hallado, que las materias orgánicas, de alto peso molecular se pueden pigmentar en forma sorprendentemente sólida y con intensidad de color, cuando se



312396

utiliza como portador del colorante un compuesto de la fórmula I,

5.



10. en la que

X_1 , X_2 y X_4 significan cada una cloro o bromo, y
R significa un radical fenílico no
sustituido, un radical fenílico sus-
tituido no ionógeno o un radical fení-

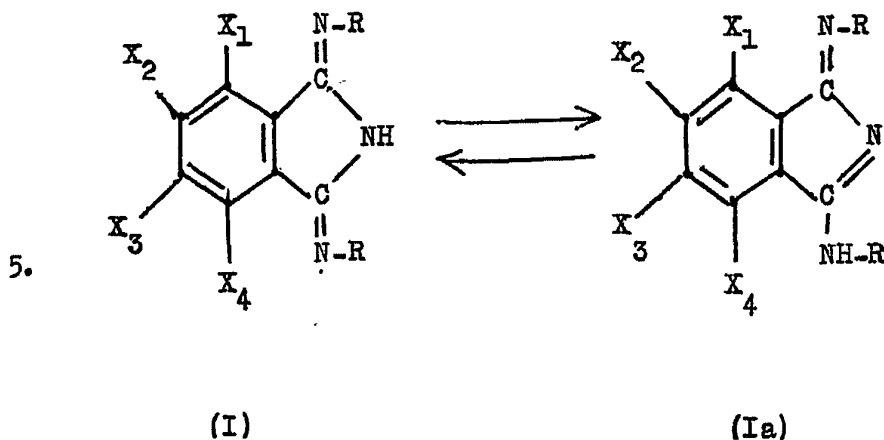
15.

lico condensado.

A los compuestos de la fórmula I también pueden añadirse la fórmula Ia tautómera y son de comprender como incluidas todas las fórmulas análogas primeras como tautómeras de las fórmulas Ia.



32396



- Si R significa en la fórmula I, un radical fenílico sustituido no ionógeno, pueden entrar en consideración como sustituyentes por ejemplo: halógeno, como fluor, cloro o bromo, grupos alquílicos inferiores, como el grupo metílico, etílico o butírico, grupos arílicos como el grupo fenílico y grupos fenílicos sustituidos no ionógenos, grupos alcoxi inferiores, por ejemplo el grupo metoxi, etoxi o butoxi, grupos aralcoxi, como el grupo benciloxi, o grupos ariloxi como los grupos fenoxi, metílico o halogenofenoxi, grupos de amida de ácido carboxílico y de ácido sulfónico sustituidos en el átomo de nitrógeno, para lo cual pueden entrar en consideración como sustituyentes de nitrógeno, grupos alifáticos, en especial grupos alquílico, hidroxialquílico, halogenoalquílico o cianoalquílico inferiores, grupos cicloalifáticos, aralifáticos o aromáticos, además grupos de éster alílico de ácido sulfónico en especial grupos de éster fenílico o cresílico de ácido sulfónico, grupos de éster de ácido carboxílico, grupos acílicos, particularmente grupos carbacílicos, por
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



32306

- ejemplo grupos de alcanilo inferior, como el grupo acetílico o propionílico, grupos aróílicos como los grupos de benzoilo, metilbenzoilo y clorobenzoilo, grupos alquilsulfónílicos, como el grupo metilsulfónílico, etilsulfónílico o butilsulfónílico o grupos arilsulfonílicos, como el grupo fenilsulfonílico, metilsulfonílico o clorofenilsulfonílico, además grupos acilamídicos, en especial carbacilamídicos, alcoxicarbonilamídicos, cicloalcoxicarbonilamídicos, aralcoxicarbonilamídicos, o grupos carboamílicos eventualmente sustituidos en el nitrógeno o grupos imídicos del ácido dicarboxílico, y por último asimismo el grupo ciano o el trifluorometílico. Como grupos carbacilamídicos pueden entrar en consideración, en primer lugar los grupos aroilamídicos, asimismo por ejemplo grupos benzoilamídicos o naftoil-(1 o 2)-amídicos, cuyos anillos pueden estar sustituidos no ionógenamente, por ejemplo mediante halógeno, grupos alquílicos inferiores o alcoxi inferiores. Como grupos alcoxicarbonilamídicos se citan los grupos metoxi- y etoxicarbonilamídicos, como grupos cicloalcoxicarbonilamídicos, los grupos ciclohexiloxicarbonilamídicos, y como grupos aralcoxicarbonilamídicos, por ejemplo los grupos benciloxicarbonilamídicos. Los grupos carbamoilamídicos sustituidos eventualmente en el nitrógeno, corresponden de preferencia a la fórmula -HN-CO-NH-R' , en la que R' significa un grupo aromático, sobre todo un radical fenílico sustituido eventualmente mediante halógeno, grupos alcoxi o alquílico inferiores. Los grupos imídicos del ácido dicar-
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



312306

boxílico se derivan por ejemplo del ácido succínico, del ácido hexahidroftálico, del ácido 1,4-endometilen-hexahidroftálico, del ácido ftálico, del ácido ftálico clorado, del ácido naftálico o del ácido piridindicarboxílico.

5. Cuando R significa un radical fenílico condensado, el componente aminobenzoico puede complementar no solo estructuras carboxílicas, sino también heterocíclicas, De preferencia R representa un radical fenílico sustituido no ionógenamente.
10. For su intensidad de color, sólidez a los disolventes y a la luz, los compuestos especialmente valiosos de la fórmula I muestran como sustituyente R un radical halogenofenílico; este puede estar todavía sustituido ulteriormente mediante grupos alquílicos inferiores, grupos alcoxi inferiores, el grupo trifluorometílico y el grupo ciano.
15. A causa de su sólidez sorprendentemente buena a los disolventes, al sobrebarnizado y a la migración, son ventajosas aquellas isoindolinas de la fórmula I utilizables de acuerdo con la invención cuyo radical fenílico R está sustituido mediante un grupo de amida de ácido sulfónico eventualmente sustituida en el nitrógeno y que puede contener eventualmente todavía sustituyentes halogeno, sustituyentes alquílicos inferiores, o sustituyentes alcoxi inferiores.
20. Como sustituyentes del nitrógeno del grupo de amida de ácido
- 25.



312596

sulfónico, pueden entrar en consideración en especial los grupos alquílico, hidroxialquílico, halogenoalquílico o cianalquílico inferiores.

- En otra clase de compuestos de la fórmula I más ventajosos, utilizables de acuerdo con la invención, con buenas propiedades de solidez a la luz, al sobrebarnizado y a la migración, R significa un radical fenílico, que muestra un grupo de amida de ácido carboxílico eventualmente sustituida en el nitrógeno; y además puede todavía estar sustituido mediante halógeno o grupos alquilo o alcoxi inferiores. Como sustituyentes del grupo de amida de ácido carboxílico pueden entrar en consideración, por ejemplo grupos alquílico inferiores y en especial grupos fenílicos eventualmente sustituidos no ionogenamente, pero asimismo grupos naftílicos. Como sustituyentes no ionógenos pueden contener estos grupos por ejemplo, halógeno, grupos alquílicos o alcoxi inferiores o grupos acilamino; en el último caso se trata de preferencia de grupos alcanoilamino o aroilamino.
20. En otra clase apreciada por sus buenas propiedades de solidez a los disolventes, a la luz, al sobrebarnizado y a la migración, en los compuestos de la fórmula I, R significa un grupo fenílico, que está sustituido mediante un grupo carbacilamídico, un grupo alcoxicarbonil-amídico, 25. cicloalcoxicarbonilamídico o aralcoxicarbonilamídico, por un grupo carbamoilo eventualmente sustituido en



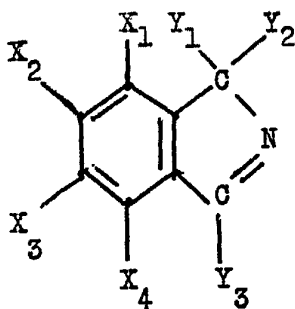
32308

el nitrógeno o por un grupo ímidico del ácido dicarboxílico y puede estar sustituida ulteriormente todavía eventualmente mediante halógeno, grupos alquílicos inferiores o alcoxi inferiores o un grupo aralcoxi o ariloxi.

5. Para los grupos amido o bien imido de ácido dicarboxílico citados vale lo indicado al principio al hablar de los sustituyentes del radical fenílico R. Grupos ventajosos son los grupos carbacilamídicos, especialmente arilamídicos con radical arílico conteniendo cloro y grupos imídicos de ácido dicarboxílico, en especial grupos ftaloilimídicos.
- 10.

- Las 4,5,6,7-tetrahalogen-isoindolinas, utilizables de acuerdo con la invención de la fórmula I, en la que R significa un radical fenílico sustituido no ionógenamente o condensado y X₁, X₂, X₃ y X₄ significan cada uno cloro o bromo, se obtienen mediante reacción de un compuesto de la fórmula II
- 15.

20.



(II-)



312396

en la que

Y_1 , Y_2 e Y_3 significan cada una un sustituyente monovalente apto para reacción y

5. Y_1 e Y_2 significan asimismo juntas un sustituyente bivalente, apto para reacción

X_1 , X_2 , X_3 y X_4 tienen la significación indicada bajo la fórmula I,

con dos equivalentes de una fenilamina primaria sustituida no ionógenamente o condensada.

10. Como sustituyentes monovalentes aptos para reacción, Y_1 , Y_2 e Y_3 representan de preferencia cada una cloro, un grupo de éter, por ejemplo un grupo alcoxi como el grupo metoxi o etoxi, un grupo ariloxi, como el grupo fenoxi, metílico o clorofenoxi, o un grupo amínico terciario, especialmente el grupo morfólico.

15. Cuando Y_1 e Y_2 representan juntas un sustituyente bivalente, apto para reacción, se trata particularmente de un grupo amínico de la fórmula $=N-R'$; Y_3 significa en este caso, convenientemente un grupo amínico de la fórmula $-NH-R'$. En estas fórmulas R' representa hidrógeno o un grupo alquílico eventualmente sustituido no ionógenamente como el grupo metílico, etílico, butílico, el grupo gamma-metoxipropílico o el grupo beta-hidroxietílico; de preferencia R' significa hidrógeno. Las isoindolinas de
20. esta clase se pueden presentar en fórmulas tautómeras
25.



312596

también se pueden concebir mediante la indicación de una fórmula estructural.

5. Los materiales de partida de la fórmula II, en la que Y_1 , Y_2 e Y_3 significan cada una cloro, se obtienen mediante reacción de anhídrido del ácido tetracloro- o tetrabromoftálico con pentabloruro de fósforo; al utilizar anhídrido de ácido tetrabromoftálico, se puede sustituir átomos de bromo aislados por cloro. Mediante reacción de este compuesto 1,3-tricloro-isocindolínico de la fórmula II con un alcoholato o fenolato metálico o con una amina secundaria se
10. llega a los materiales de partida de la fórmula II en la que Y_1 , Y_2 e Y_3 significan cada una un grupo éter o bien un grupo amino terciario. Si un compuesto 1,3,3-tricloroisocindolínico de la fórmula II se hace reaccionar con una amina
15. de la fórmula $R'-NH_2$, se obtienen materiales de partida de la fórmula II, en la que Y_1 e Y_2 representan juntas el grupo imínico de la fórmula $=N-R'$ e Y_3 representa el grupo amínico de la fórmula $-NH-R'$.

20. La reacción de las fenilaminas primarias sustituidas no ionógenamente o condensadas con un compuesto de la fórmula II, en la que Y_1 , Y_2 e Y_3 significan cada una cloro, se efectúa mediante calentamiento de las dos materias de partida en ausencia de compuestos conteniendo grupos hidroxílicos, de preferencia a temperaturas de 50 a 250° C,
25. en las que en general se desprende el ácido clorhídrico desdoblado de la mezcla reaccional. Los acompañantes reacciona-



312706

les se hacen reaccionar ventajosamente en un disolvente inerte, por ejemplo en un hidrocarburo eventualmente halogenado o nitrado. En lugar del ácido clorhídrico a desdoblarse, este se puede enlazar asimismo mediante agentes ligadores de ácido adecuados, por ejemplo mediante un exceso en fenilamina a sustituir o una amina terciaria como trietilamina, N,N-dietilanilina o piridina; en este caso la reacción se puede efectuar a temperatura ambiente.

La reacción de una fenilamina primaria sustituida no ionógicamente o condensada con el compuesto de la fórmula II, en el que Y_1 e Y_2 significan juntas $=NR'$, en especial $=NH$ e Y_3-NH-R' , particularmente $-NH_2$, se efectúa ventajosamente mediante calentamiento por acompañantes en la reacción en un disolvente orgánico. Como disolvente orgánico pueden utilizarse hidrocarburos aromáticos eventualmente halogenados o nitrados, además alcoholes de alto punto de ebullición, por ejemplo alcohol bencílico o etilenglicol y sus monoéteres; como disolventes son especialmente adecuados los ácidos grasos inferiores, como ácido acético glacial.

Los compuestos de la fórmula II, en los que Y_1 , Y_2 e Y_3 significan cada una un grupo de éter o de amina terciaria, se hacen reaccionar con la fenilamina no ionógena sustituida o condensada de preferencia en presencia de un ácido orgánico, en especial ácido acético. Esta reacción se realiza incluso en presencia de agua.



312306

En todas estas modificaciones de procedimiento, precipitan los pigmentos brutos las más de las veces ya en caliente y pueden aislarse mediante filtración y eventualmente mediante lavado con disolventes orgánicos en forma pura al análisis.

5.

Los pigmentos utilizables de acuerdo con la invención poseen en general una buena textura y pueden utilizarse generalmente, como productos brutos.

10. En caso necesario o deseado los productos brutos se pueden transformar mediante molido o amasado en una forma finamente dispersa. Además se utilizan de preferencia medios auxiliares para el molido, como sales orgánicas y/o inorgánicas en presencia o ausencia de disolventes orgánicos. Asimismo mediante calentamiento de los pigmentos brutos en disolventes orgánicos calientes se puede alcanzar a menudo una mejora de las propiedades. Tras el molido se eliminan como es usual los agentes auxiliares, sales solubles inorgánicas, por ejemplo con agua y los agentes auxiliares orgánicos insolubles en agua, por ejemplo mediante destilación por valor de agua.

15.

20.

25. Las materias orgánicas de alto peso molecular, que se pigmentan de acuerdo con la invención, pueden ser de origen natural o sintético. Puede tratarse, por ejemplo de resinas naturales, aceites secantes o caucho. Sin embargo también puede tratarse de materias naturales transforma-



312396

- das, por ejemplo de caucho clorado, resina alquídica oleomodificada, o de derivados de celulosa como viscosa, acetilcelulosa y nitrocelulosa, y especialmente de poliplastos orgánicos totalmente sintéticos, que se llaman plásticos,
5. que se preparan mediante polimerización, policondensación y poliadición. De la clase de estos plásticos son de citar en especial los siguientes: polietileno, polipropileno, poliestireno, cloruro de polivinilo, acetato polivinílico, poliacrilonitrilo, éster del ácido poliacrílico y éster del ácido
10. polimetacrílico; poliésteres, en especial ésteres de alto peso molecular de ácidos policarboxílicos aromáticos con alcoholes polifuncionales; poliamidas; los productos de condensación de formaldehído con fenoles, que se llaman fenoplastos, y los productos de condensación de formaldehído con urea, tiourea y melamina, que se llaman
15. aminoplastos; los poliésteres utilizados como barnices de resina, y precisamente no solo los saturados, como por ejemplo resinas alquídicas sino también los insaturados como por ejemplo resinas de maleinato, y además los productos de poliadición o bien policondensación conocidos
20. bajo el nombre "de resinas epóxidas" de epiclорhidrina con dioles o polifenoles; además los llamados termoplastos, es decir los poliplastos no endurecibles. Es de resaltar que de acuerdo con la invención pueden pigmentarse
25. no solamente los compuestos unitarios, sino también mezclas de poliplastos, así como condensados mixtos y



312396

copolimerizados, como por ejemplo los sobre bases de butadieno.

- Los pigmentos utilizables de acuerdo con la invención, son especialmente adecuados para el teñido de polímeros vinílicos, poliolefinicos y de estireno, como de poliplastos, como de formadores de películas y aglutinantes conocidos como materias brutas para barniz, en especial de barnices de aceite de linaza, nitrocelulosa, resinas alquídicas, resinas de melamina y resinas de urea-formaldehído. La pigmentación de las sustancias orgánicas de alto peso molecular con los pigmentos de la fórmula I se efectúa por ejemplo de forma que uno de tales pigmentos eventualmente en forma de mezcla básica se mezcla con estos substratos bajo utilización de laminadoras, aparatos mezcladores o molinos. El material pigmentado se lleva luego a la forma definitiva deseada según procedimientos de por sí conocidos, como calandrado, prensado, extrusionado, revestimiento por extensión, vertido o mediante moldeo por inyección. A menudo se desea incorporar, para la preparación de moldes no rígidos o para disminuir su fragilidad, a los compuestos de alto peso molecular antes del conformado del llamado plastificantes. Como tales pueden utilizarse por ejemplo éster del ácido fosfórico, ácido ftálico o ácido sebácico. Los plastificantes se pueden incorporar en el procedimiento, de acuerdo con la invención antes o después de incorporar el colorante de pigmento en los ami-
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



3:2396

- noplastos. Además es posible con el fin de alcanzar tonos de color diferentes de las materias orgánicas de alto peso molecular, adicionar junto a los compuestos de la fórmula I todavía materias de relleno o bien otras partículas que ceden color como pigmentos blancos, policromos o negros, en cualquier dosis.
- 5.

- Para pigmentar barnices y colores para impresión se dispersan finamente o bien disuelven en un disolvente o mezclas de disolventes orgánicos, los materiales orgánicos de alto peso molecular y los compuestos de la fórmula I, eventualmente con aditivos, como materiales de relleno, otros pigmentos, secantes o plastificantes. Con ello se procede de forma que los componentes unitarios de por sí o también varios en común se dispersan o bien disuelven y luego se reúnen todos los componentes.
- 10.
- 15.

- Los materiales orgánicos de alto peso molecular pigmentados de acuerdo con la invención contienen en general dosis de 0,01 al 30% en peso de un compuesto de la fórmula I, calculado sobre la materia orgánica de alto peso molecular a pigmentar, poliplastos y barnices, de preferencia 0, a 5%, del colorante para estampar de preferencia 10 a 30%. Las dosis a elegir en pigmento se dirigen en primer lugar a la intensidad de color deseada, además al espesor de capa de la pieza formada y a continuación eventualmente también al contenido en pigmento blanco en el poliplasto.
- 20.
- 25.

Las sustancias orgánicas de alto peso molecular pig-



mentadas de acuerdo con la invención muestran muy buenas solidez en los tonos de color amarillo verdoso, amarillo, anaranjado, rojo, rojo burdeos o pardo; también es muy buena en general la solidez al desgaste.

5. Los ejemplos siguientes ilustran la invención. En ellos las temperaturas se indican en grados Celsius.

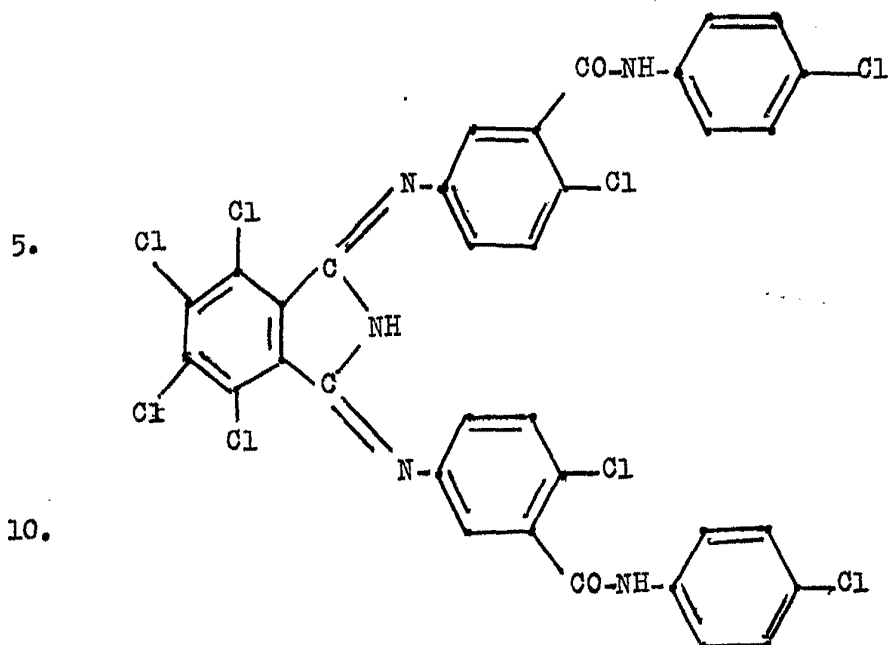
EJEMPLO 1

- 6,9 g de 1,3,3-trimetoxi-4,5,6,7-tetracloroisoindo-
lenina se calientan durante 5 minutos hasta ebullición
10. con 11,24 g de (4'-clorofenilamida) del ácido 2-cloro-5-aminobenzoico y 270 g de ácido acético glacial. El colorante amarillo precipitado se filtra todavía caliente y se lava primero con etanol y luego con acetona y se seca.

- Asi se obtienen 15,6 g de un pigmento amarillo
15. verdoso de la fórmula indicada a continuación, que es de muy buena solidez al sobrebarnizado, a la migración y a la luz.



312396



15. Se obtiene el mismo pigmento, cuando en lugar de 6,9 g de 1,3,3-trimetoxi-4,5,6,7-tetracloroisocindolenina se utilizan 10,2 g de 1,3,3-trimorfolino-4,5,6,7-tetracloroisocindolenina, o 5,6 g de 1-amino-3-imino-4,5,6,7-tetracloroisocindolenina o bien 6,2 g de 1-metilamino-3-metililmino-4,5,6,7-tetracloroisocindolenina.

20. Si se substituyen los 11,24 de la (4'-clorofenilamida) del ácido 2-cloro-5-aminobenzoico mediante la dosis equimolar de una de las aminas representadas en la siguiente tabla I, se obtienen en la forma de trabajo usualmente igual, pigmentos similarmente sólidos con los tonos de color mencionados en la

25. columna III.



Tabla 1

312306

Nº	Amina	Tono de color en impresión sobre papel
5.		
10.	<p>2</p> <chem>Nc1cc(Cl)cc(NC=O)c1</chem>	Amarillo verdoso
15.	<p>3</p> <chem>Nc1cc(Cl)cc(NC(=O)Nc2ccccc2)c1</chem>	id.
20.		
25.	<p>4.</p> <chem>Nc1cc(Cl)cc(NC(=O)Nc2cc(Cl)cc(Cl)c2)c1</chem>	id.



Tabla 1 (continuación)

Nº	Aminas	Tono de color en impresión sobre papel
5.		
5	<chem>Nc1ccc(NC(=O)c2ccccc2)c(Cl)c1Cl</chem>	Amarillo verdoso
10.		
15.	<chem>Nc1nc(NC(=O)c2ccccc2)nc(Cl)c1Cl</chem>	id.
20.		
7	<chem>Cc1ccc(NC(=O)c2ccccc2)c(Cl)c1N</chem>	id.
25.		



Tabla 1 (continuación)

312396

Nº	Amina	Tono de color en impresión sobre papel
5.		
8		Amarillo verdoso
10.		
9		id.
15.		

20. E J E M P L O 10

25. 15,3 g de 1,3,3-trimorfolino-4,5,6,7-tetracloroiso indolenina y 12,3 g de amida del ácido 2,4-dicloro-5-amino-benzoico se calientan bajo buena agitación hasta ebullición en 350 gr de ácido acético glacial. Después de 10 minutos finaliza la condensación. el colorante amarillo pre-

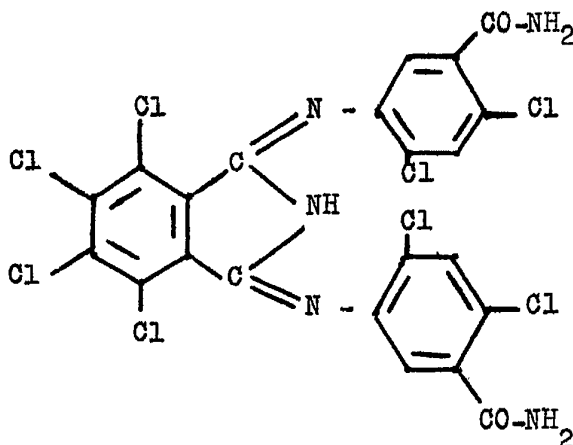


312396

precipitado se filtra a 100° y se lava con etanol y luego con acetona y se seca. El rendimiento asciende a 13,7%. El pigmento amarillo verdoso de la fórmula indicada a continuación es de muy buena solidez a la migración al sobrebarnizado y a la luz.

5.

10.



15.

E J E M P L O 11

20.

10,74 g de 1,3,3,4,5,6,7-heptacloroisocindolenina y 12,3 g de amida del ácido 2,4-dicloro-5-aminobenzoico se calientan durante 35 minutos hasta ebullición en 330 g de clorobenceno. El colorante precipitado se filtra a 100°, se lava con etanol y luego con acetona y se seca. El rendimiento asciende a 17 g. El pigmento amarillo verdoso

25.



312396

es idéntico al pigmento descrito en el ejemplo 10.

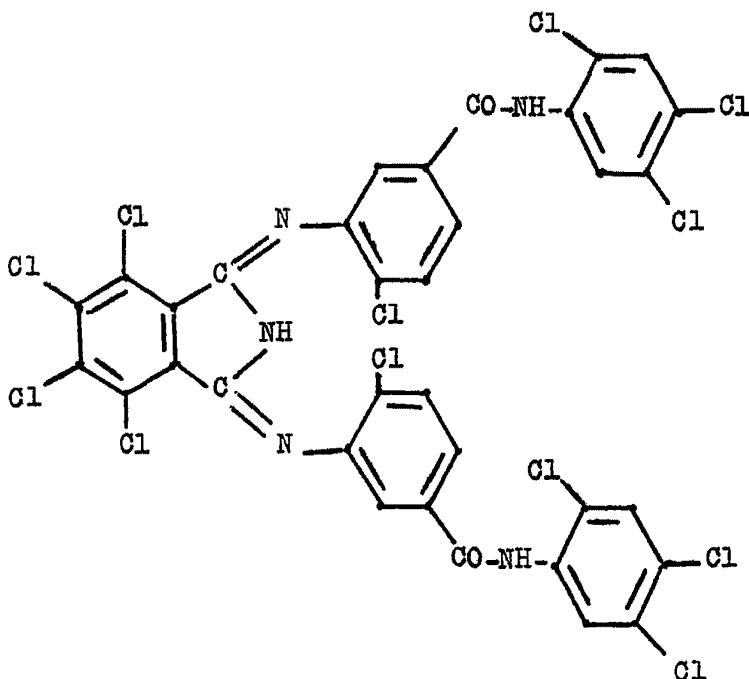
E J E M P L O 12.

5. 5,6 g de 1-amino-3-imino-4,5,6,7-tetracloroisocindolenina y 14 g de (2', 4', 5'-triclorofenilamida) del ácido
3-amino-4-clorobenzoico se calientan durante 45 minutos
hasta ebullición en 250 g de ácido acético glacial. El colorante amarillo precipitado de la fórmula indicada a continuación se filtra todavía caliente y se lava con etanol
10. y luego con acetona y se seca. El rendimiento asciende a 15,5 g. El pigmento amarillo verdoso tiene propiedades de solidez similarmente buenas que las descritas en el ejemplo 11.

15.

20.

25.



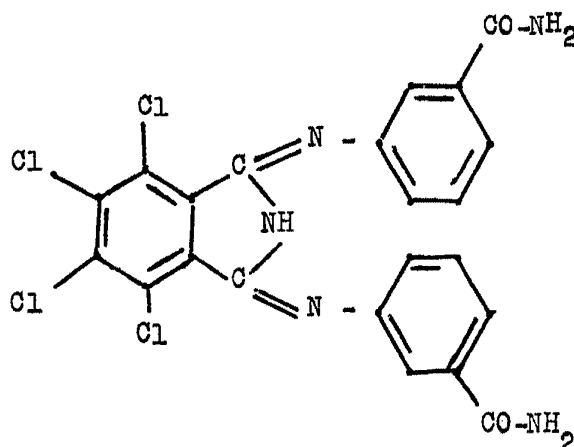


312396

E J E M P L O 13

10,35 g de 1,3,3-trimetoxi-4,5,6,7-tetraclorocisindolenina y 8,2 g de amida del ácido 3-amino-benzoico se suspenden en 260 g de ácido acético glacial y se calienta durante 10 minutos bajo buena agitación hasta ebullición. Se origina primero una solución incolora, que al calentarse tinte rápidamente de amarillo. El pigmento inicia su precipitado cristalino a 60-70°. Se mantiene todavía durante 5 minutos a ebullición y luego se filtra a temperatura de ebullición. El pigmento amarillo se lava con alcohol, y luego con acetona y se seca. El rendimiento asciende a 15 g. El pigmento de muy buena solidez al sobrelacado, a la migración y a la luz, corresponde a la fórmula

15.



20.

25.

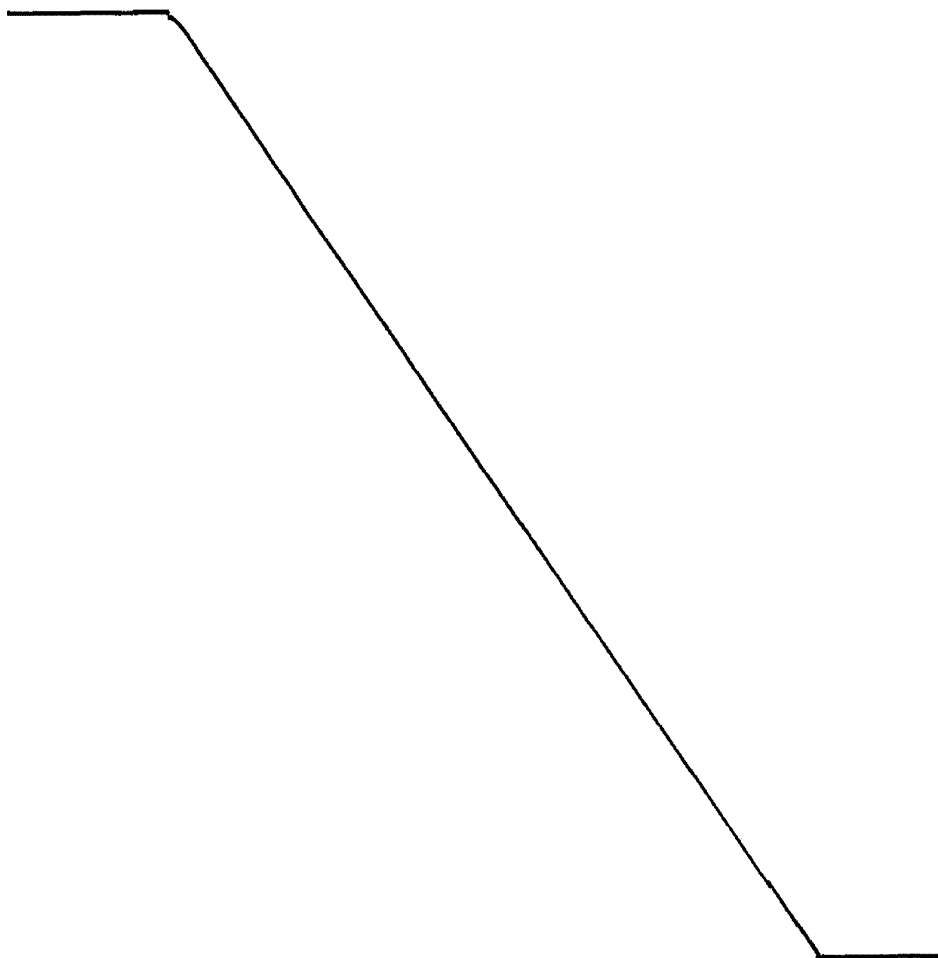
Se obtienen pigmentos con propiedades de solidez similar-



342306

mente buenas cuando la amida del ácido 3-amino-benzoico citada en el ejemplo se sustituye mediante la dosis equimolar de una amina representada en la tabla 2. En la columna 3 se indican los tonos de color en impresión sobre papel.

5.





312306

Tabla 2 (continuación)

Nº	Amina	Tono de color en impresión sobre papel
5.		
10.	<p>17</p> <p><chem>Cc1ccc(C)cc1NC(=O)c2cc(C)c(N)c(Cl)c2</chem></p>	amarillo verdoso
15.	<p>18</p> <p><chem>Cc1ccc(C)cc1NC(=O)c2cc(C)c(N)c(Cl)c2</chem></p>	id.
20.		
25.	<p>19</p> <p><chem>Cc1ccc(C)cc1NC(=O)c2cc(C)c(N)c(Cl)c2</chem></p>	id.



Tabla 2 (continuación)

312306

5.	Nº	Amina	Tono de color en impresión sobre papel
10.	26	<chem>Nc1ccccc1C(=O)Nc2cc(Cl)cc(Cl)c2</chem>	amarillo verdoso
15.	27	<chem>Nc1cc(OC)ccc1C(=O)Nc2ccccc2</chem>	amarillo rojizo
20.	28	<chem>Nc1cc(OC)ccc1C(=O)Nc2cc(Cl)cc(Cl)c2</chem>	id.
25.			



Tabla 2 (continuación)

312306

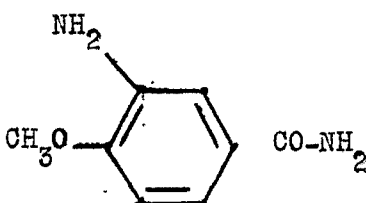
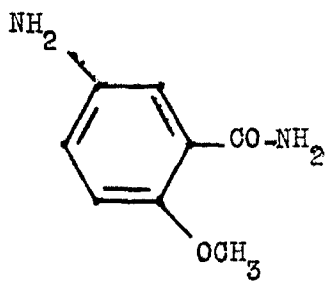
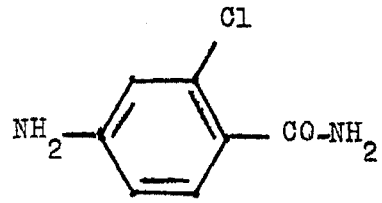
5.	Nº	Amina	Tono de color en impresión sobre papel
10.	29		amarillo rojizo
15.	30		id.
20.	31		amarillo verdoso



Tabla 2 (continuación)

32396

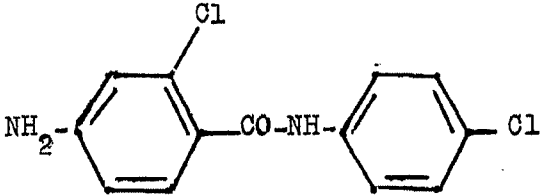
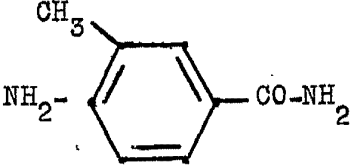
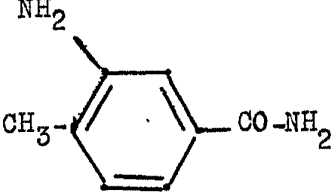
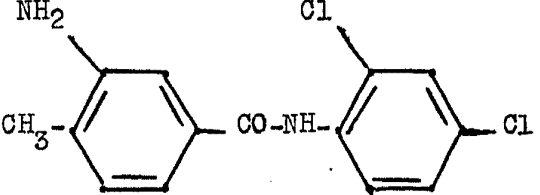
Nº	Amina	Tono de color en impresión sobre papel
5.		
10.	<p>32</p>  <chem>Nc1ccccc1C(=O)Nc2cc(Cl)ccc2</chem>	amarillo verdoso
15.	<p>33</p>  <chem>Cc1cccc(N)c1C(=O)N</chem>	amarillo rojizo
20.	<p>34</p>  <chem>Cc1c(N)cccc1C(=O)N</chem>	id.
25.	<p>35</p>  <chem>Cc1c(N)cccc1C(=O)Nc2cc(Cl)cc(Cl)c2</chem>	id.



Tabla 2 (continuación)

312396

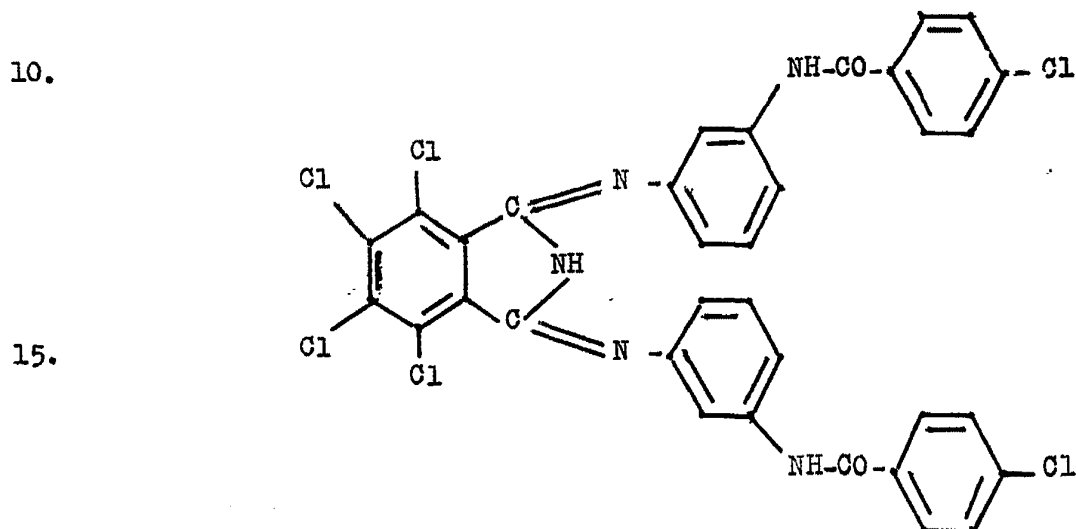
Nº	Amina	Tono de color en impresión sobre papel
5.	<p>36</p>	rojo amarillento
10.	<p>37</p>	id.
15.	<p>38</p>	id.
20.		



312396

llo. El colorante amarillo empieza a precipitar a 60%. Se mantiene todavía durante 5 minutos a ebullición y luego se filtra a temperatura de ebullición. El colorante amarillo verdoso se lava con alcohol y luego con acetona y se seca.

5. El rendimiento asciende a 12,8 g. El pigmento de buena solidez al sobrebarnizado, a la migración y a la luz, corresponde a la fórmula



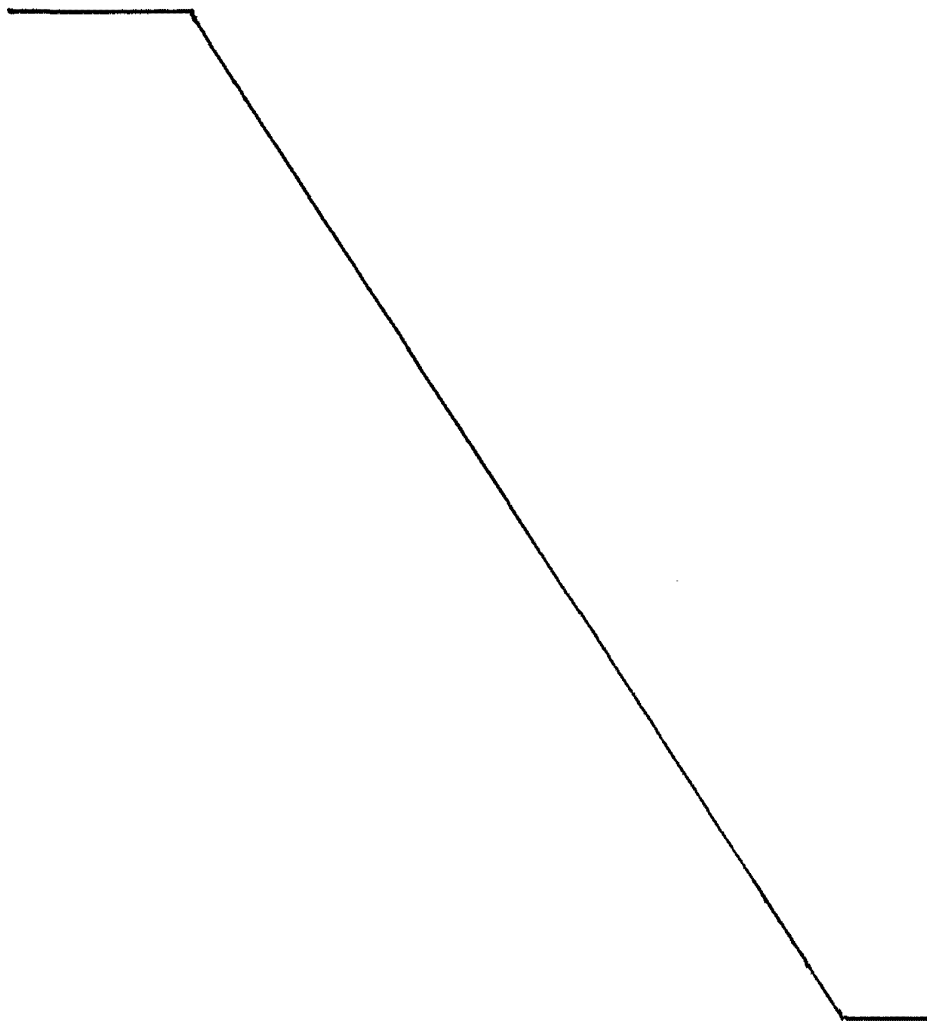
20. Se obtiene el mismo pigmento, cuando en lugar de 6,9 g de 1,3,3,-trimetoxi-4,5,6,7-tetracloroisocindolenina, se utiliza 10,2 g de 1,3,3,-trimorfolino-4,5,6,7-tetracloroisocindolenina o 5,6 g de 1-amino-3-imino-4,5,6,7-tetracloroisocindolenina.

25. Si se sustituyen los 9,9 g de (3'-aminofenilamida)



312396

del ácido 4-clorobenzoico por la dosis equimolar de una amina representada en la tabla 3, se obtienen, en formas de trabajo por lo demás iguales, pigmentos con propiedades de solidez similarmente buenas.





312306

Tabla 3

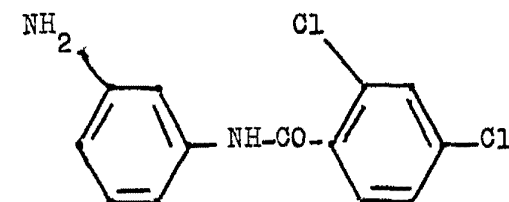
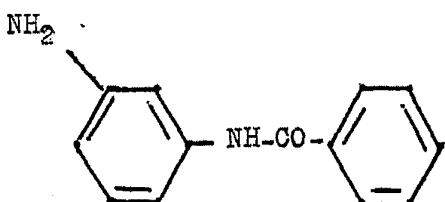
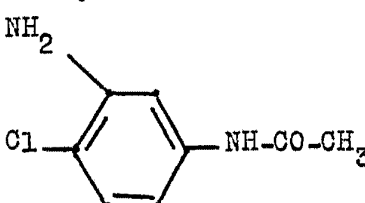
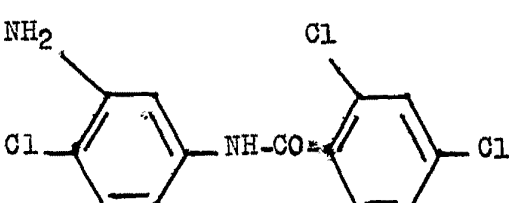
5.	Nº	Amina	tono de color en impresión sobre papel
10.	42		amarillo verdoso
15.	43		id.
20.	44		amarillo rojizo
25.	45		id.



Tabla 3 (continuación)

312396

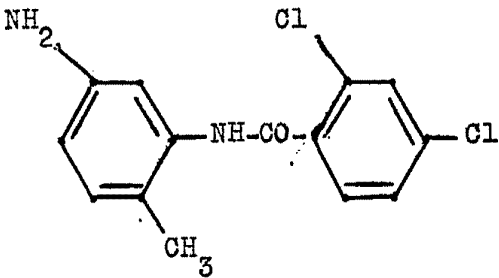
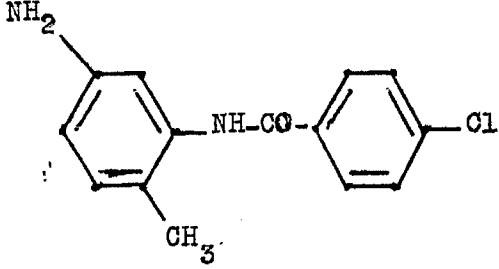
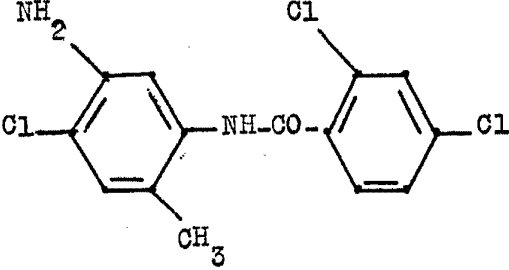
Nº	Amina	Tono de color en impresión sobre papel
5.		
49		amarillo rojizo
10.		
15.	50	
		id.
20.		
25.	51	
		id.



Tabla 3 (continuación)

312396

Nº	Amina	Tono de color en impresión sobre papel
5.		
10.	<chem>Nc1ccc(NC(=O)c2cc(Cl)c(C)cc2)cc1</chem>	amarillo rojizo
15.	<chem>Nc1ccc(NC(=O)c2cc(Cl)ccc2)cc1</chem>	id.
20.		
25.	<chem>Nc1ccc(NC(=O)c2cc(Cl)ccc2)cc1</chem>	id.



Tabla 3 (continuación)

312396

Nº	Amina	Tono de color en impresión sobre papel
5.		
10.	 <chem>Nc1ccccc1NC(=O)c2ccc(Cl)cc2</chem>	amarillo rojizo
15.	 <chem>Nc1cccc(c1)NC(=O)Nc2cc(Cl)cc(Cl)c2</chem>	id.
20.		
25.	 <chem>Nc1cccc(c1)NC(=O)OC</chem>	id.



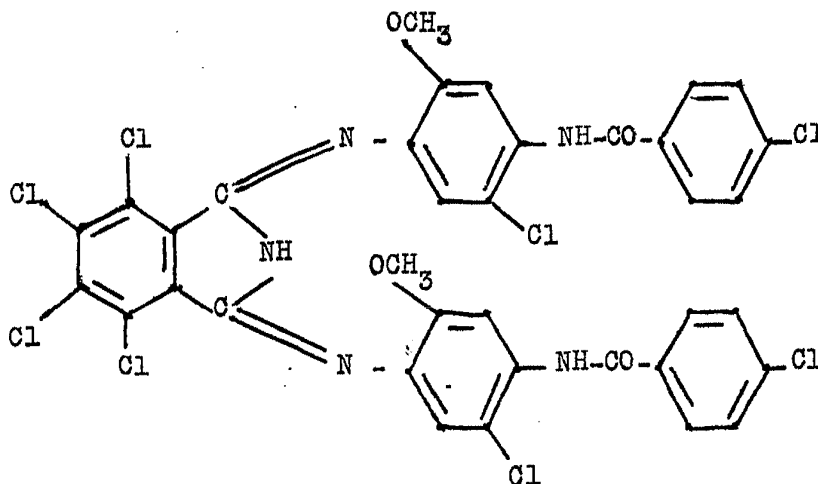
312396

EJEMPLO 58

5. 12,44 g de (2'-cloro-4'-amino-5'-metoxifenilamida)
del ácido 4-clorobenzoico se calientan a 80° con 320 g de
ácido acético glacial. Bajo fuerte agitación se adicionan
entonces de una vez 6,9 g de 1,3,3-trimetoxi-4,5,6,7-te-
traclorobiscindolenina y después de esto se calienta toda-
vía durante 5 minutos hasta ebullición. El pigmento rojo
precipitado se filtra caliente y se lava con alcohol y
luego con acetona y se seca. El rendimiento asciende a
10. 16,7 g. El pigmento rojo, cuya formula se indica a conti-
nuación, es de buena solidez al sobrebarnizado, a la mi-
gración y a la luz.

15.

20.

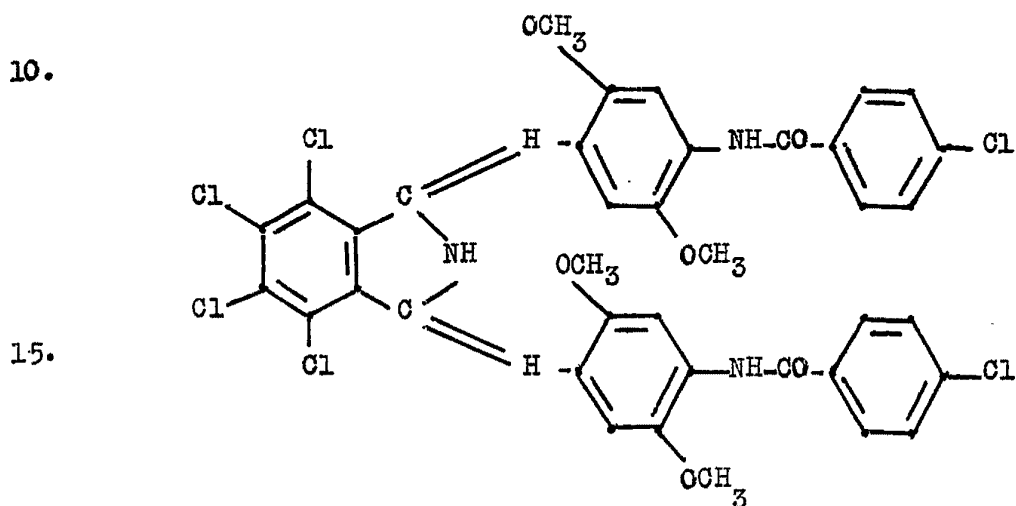




312396

EJEMPLO 59

5. 10,2 g de 1,3,3-trimorfolino-4,5,6,7-tetracloroiscindolenina y 12,3 g de (2',5'-dimetoxi-4'-aminofenilamida) del ácido 4-clorobenzoico se calientan durante 15 minutos bajo fuerte agitación hasta ebullición, en 300 g de ácido acético glacial, se lava con etanol y luego con acetona y se seca. El pigmento rojo azulado de la fórmula



es sólido al sobreamizado, a la migración y a la luz.

20. Si se utiliza en lugar de 12,3 g de (2',5'-dimetoxi-4'-aminofenilamida) del ácido 4-clorobenzoico, la dosis equimolar de una amina representada en la tabla 4 y se procede por lo demás como en el ejemplo 59, se obtienen pigmentos similamente buenos con los tonos de color indicados en la tabla 4, columna 3.

25.



Tabla 4

312598

Nº	, Amina	tono de color en impresión sobre papel
5.		
10.	<chem>COc1cc(N)cc(Cl)c1NC(=O)c2ccccc2Cl</chem>	rojo azulado
15.	<chem>COc1cc(N)cc(Cl)c1NC(=O)c2cc(Cl)ccc2Cl</chem>	rojo amarillento
20.		
25.	<chem>Oc1ccccc1Oc2cc(N)cc(Cl)c2NC(=O)c3ccccc3Cl</chem>	id.



Tabla 4 (continuación)

342396

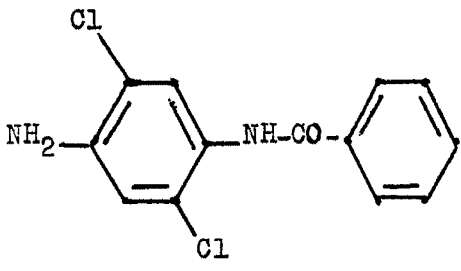
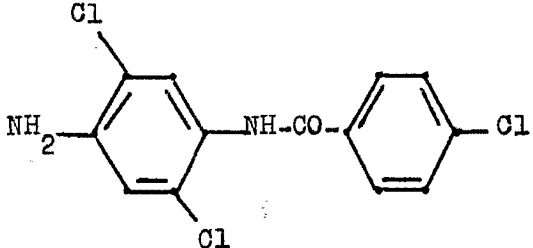
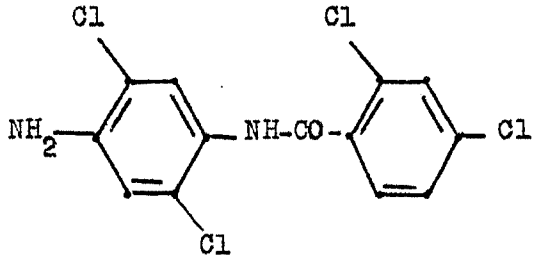
Nº	Amina	tono de color en impresión sobre papel
5.		
10.	<p data-bbox="406 734 438 768">63</p>  <chem data-bbox="478 705 941 974">NC1=CC=C(C=C1)C(=O)Nc2cc(Cl)cc(Cl)c2</chem>	anaranjado
15.	<p data-bbox="406 1137 438 1171">64</p>  <chem data-bbox="478 1108 1013 1355">NC1=CC=C(C=C1)C(=O)Nc2cc(Cl)cc(Cl)c2c3ccc(Cl)cc3</chem>	id.
20.		
25.	<p data-bbox="406 1534 438 1568">65</p>  <chem data-bbox="478 1500 1013 1758">NC1=CC=C(C=C1)C(=O)Nc2cc(Cl)cc(Cl)c2c3cc(Cl)cc(Cl)c3</chem>	id.

Tabla 4 (continuación)

312396

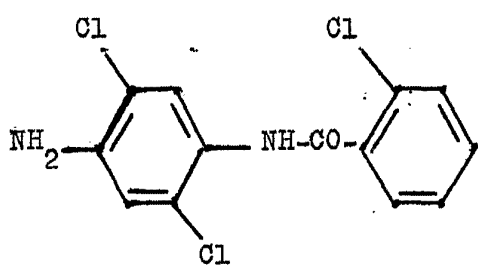
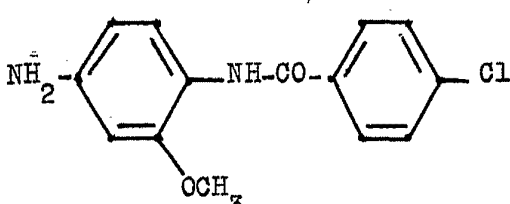
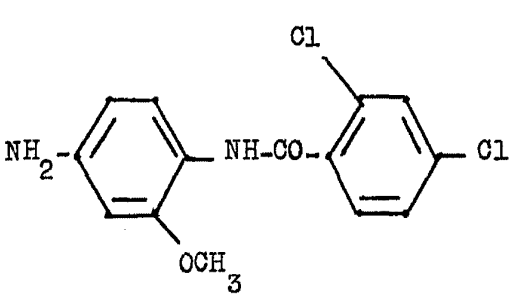
5.	Nº	Amina	Tono de color en impresión sobre papel
10.	66	 <chem>Clc1ccc(NC(=O)c2cc(Cl)cc(Cl)c2)cc1</chem>	anaranjado
15.	67	 <chem>COc1cc(NC(=O)c2ccc(Cl)cc2)ccc1N</chem>	rojo amarillento
25.	68	 <chem>COc1cc(NC(=O)c2cc(Cl)cc(Cl)c2)ccc1N</chem>	id.



Tabla 4 (continuación)

312396

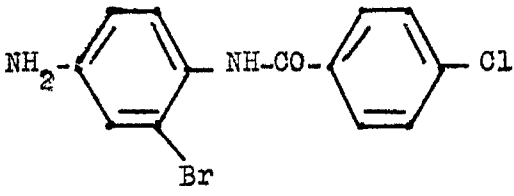
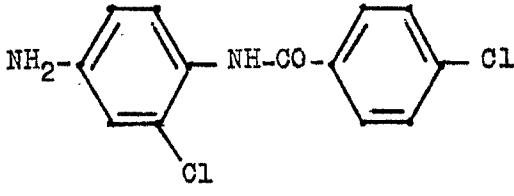
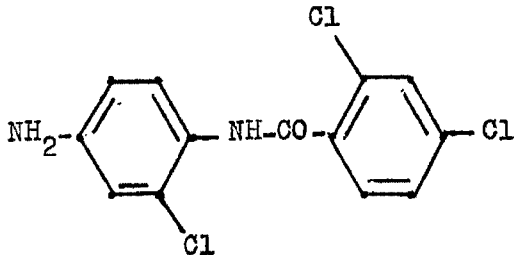
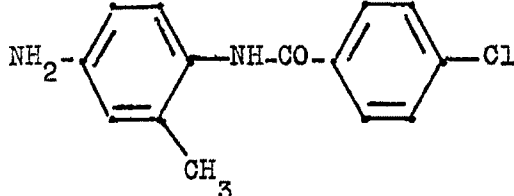
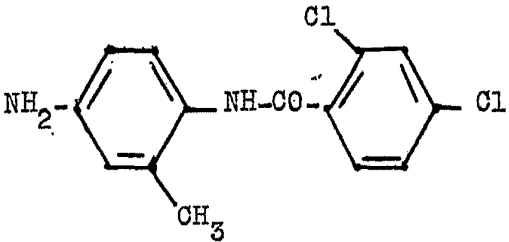
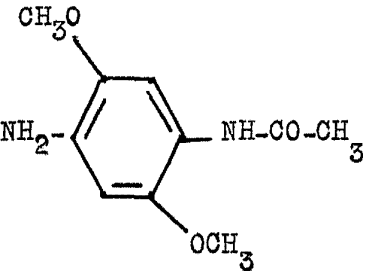
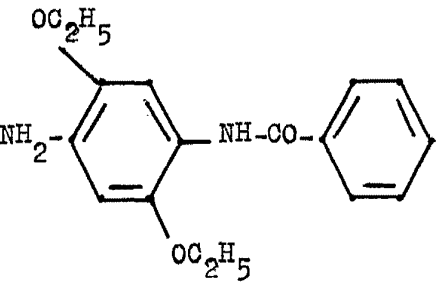
Nº	Amina	Tono de color en impresión sobre papel
5.		
10.		amarillo rojizo
15.		id.
20.		id.
25.		id.



Tabla 4 (continuación)

312396

Nº	Amina	Tono de color en impresión sobre papel
5. 10.	<p data-bbox="352 857 387 891">73</p>  <p data-bbox="475 884 534 929"><chem>Nc1ccc(NC(=O)c2cc(Cl)cc(Cl)c2)c(C)c1</chem></p>	<p data-bbox="1169 857 1300 918">amarillo rojizo</p>
15.	<p data-bbox="352 1193 387 1227">74</p>  <p data-bbox="475 1249 534 1294"><chem>CC(=O)Nc1cc(OC)cc(OC)c1</chem></p>	<p data-bbox="1169 1193 1329 1227">anaranjado</p>
20. 25.	<p data-bbox="352 1563 387 1597">75</p>  <p data-bbox="475 1653 534 1697"><chem>CCOC1=CC=C(NC(=O)c2ccccc2)C(=C1)OCC</chem></p>	<p data-bbox="1169 1597 1265 1657">pardo rojizo</p>



312396

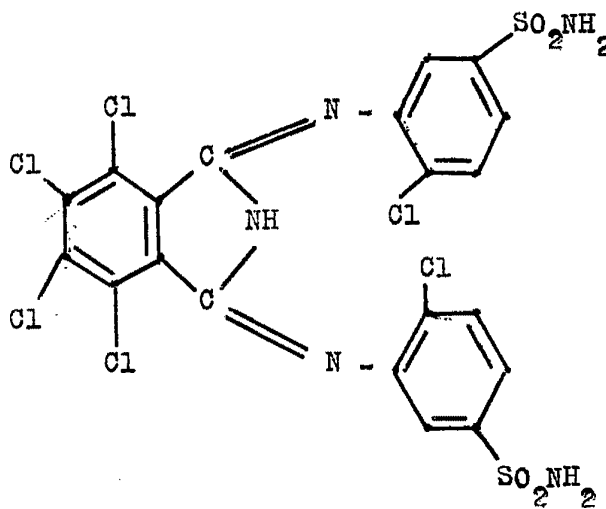
EJEMPLO 83

5,1 g de 1,3,3-trimorfolino-4,5,6,7-tetracloroisoindolenina se calientan durante 5 minutos a ebullición con 4,13 g de amida del ácido 4-cloro-3-aminobencen-1-sulfónico.

5. El colorante amarillo precipitado se filtra todavía caliente, se lava con etanol y acetona y se seca. Se obtienen así 6,4 g de un pigmento amarillo de la fórmula indicada a continuación, que es de muy buena solidez al sobrebarnizado y a la luz y de buena solidez a la migración.

10.

15.



20.

La 1,3,3-trimorfolino-4,5,6,7-tetracloroisoindolenina se prepara mediante reacción de 1,3,3,4,5,6,7-heptacloroisoindolenina con morfolina en benceno. Funde a 180°.

25.

Si se sustituyen los 4,13 g de amida del ácido



312396

4-cloro-3-aminobencen-1-sulfónico por la dosis equimolar de una amina citada en la siguiente tabla 5, se obtienen en forma de trabajo usualmente igual, pigmentos de solidez similar de tonos de color indicados en la columna 3.

5.

Tabla 5

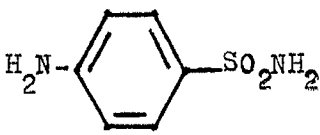
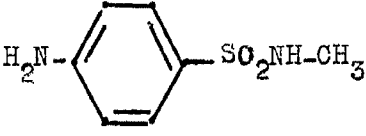
10.	Nº	Amina	Tono de color en impresión sobre papel
15.	84		amarillo
20.	85		"



Tabla 5 (continuación)

312396

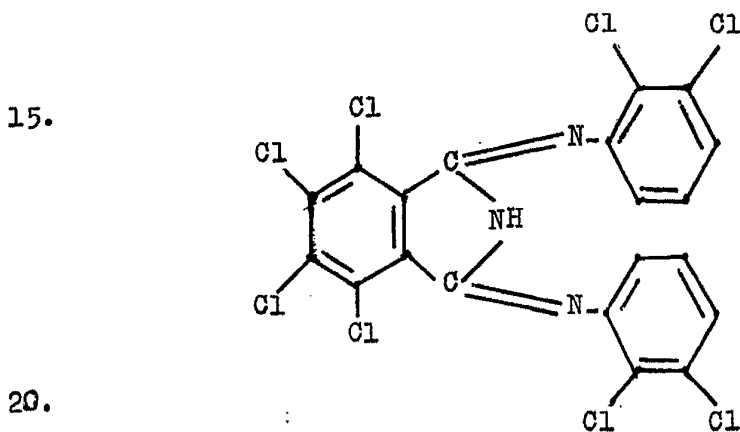
5.	Nº	Amina	Tono de color en impresión sobre papel.
10.	86	 <chem>Nc1ccc(S(=O)(=O)NCC)cc1</chem>	amarillo
15.	87	 <chem>CN(S(=O)(=O)c1cc(Cl)ccc1N)</chem>	"
20.	88	 <chem>CN(S(=O)(=O)c1cc(C)ccc1N)</chem>	"



312396

E J E M P L O 89

5. A una solución de 11,3 g de 2,3-dicloroanilina en 150 g de ácido acético glacial se adicionan a 100° 10,7 g de 1,3,3-trimetoxi-4,5,6,7-tetracloroisindolenina. La suspensión amarilla originada se calienta durante 5 minutos hasta ebullición y el colorante amarillo precipitado se filtra frío, se lava con etanol y acetona y se seca. Se obtienen 16,65 g de un pigmento puro, fuertemente teñido de amarillo, de la fórmula indicada a continuación, que es de muy buena solidez al calor y a la luz y de buena solidez a los disolventes y al sobrebarnizado.



25. La 1,3,3-trimetoxi-4,5,6,7-tetracloroisindolenina se prepara mediante reacción de 1,3,3,4,5,6,7-heptacloroisindolenina con metilato sódico. Tras recristalizar en metanol funde a 115-116°.



312396

Si se sustituye los 11,3 g de 2,3-dicloroanilina por la dosis equimolar de una amina citada en la siguiente tabla 6, se obtiene en forma de trabajo usualmente igual, pigmentos sólidos y con intensidad de color de los tonos de color indicados en la columna 3.

5.

Tabla 6

10.

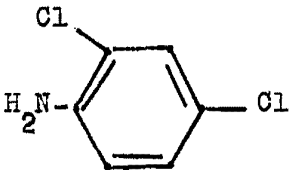
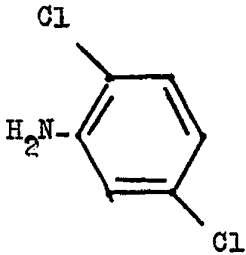
Nº	Amina	Color en impresión sobre papel
15.	<p data-bbox="344 1249 373 1285">90</p> 	<p data-bbox="1230 1249 1358 1285">amarillo</p>
20.	<p data-bbox="344 1599 373 1635">91</p> 	<p data-bbox="1278 1592 1326 1628">id.</p>
25.		



Tabla 6 (continuación)

312396

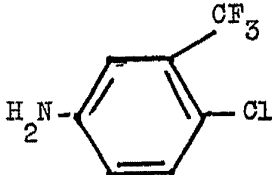
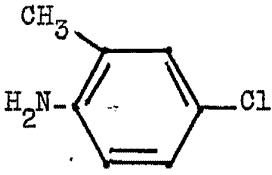
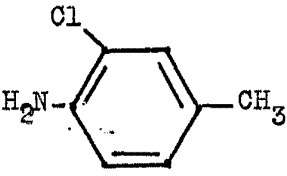
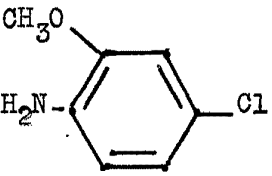
5.	Nº	Amina	Color en impresión sobre papel
10.	92	 <chem>Nc1cc(C(F)(F)F)c(Cl)cc1</chem>	amarillo verdoso
	93	 <chem>Nc1cc(C)c(Cl)cc1</chem>	amarillo rojizo
15.	94	 <chem>Nc1cc(C)c(Cl)cc1</chem>	amarillo verdoso
20.	95	 <chem>Nc1cc(OC)c(Cl)cc1</chem>	amarillo anaranjado
25.			



Tabla 6 (continuación)

312396

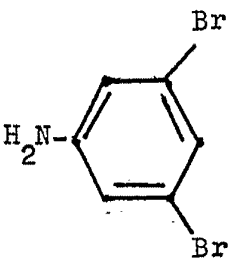
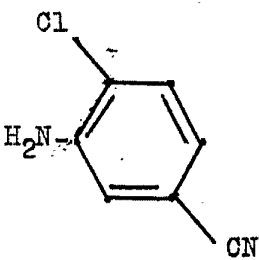
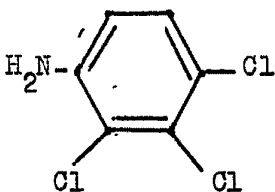
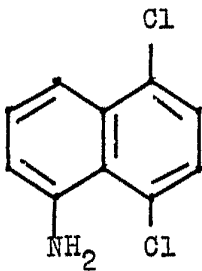
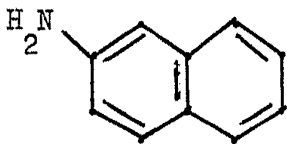
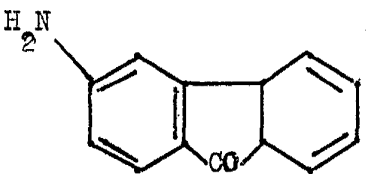
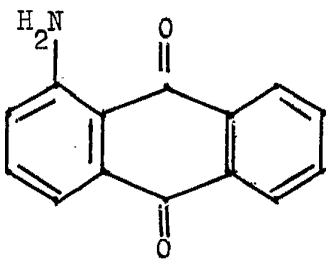
5.	Nº	Amina	Color en impresión sobre papel
10.	96		amarillo
15.	97		id.
20.	98		id.
25.	99		id.
- 30.			



Tabla 6 (continuación)

312396

5.	Nº	Amina	Color en impresión sobre papel
10.	100		amarillo
15.	101		rojo amarillento
20.	102		amarillo
25.			

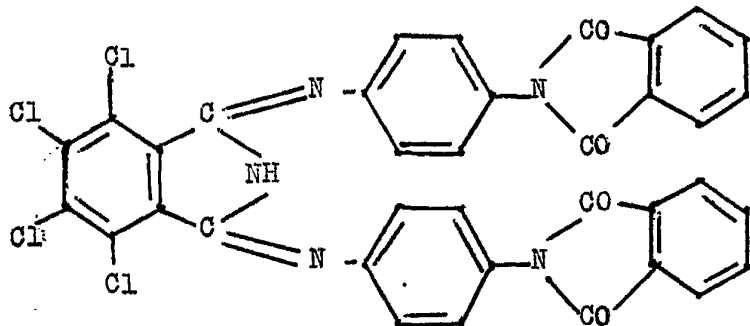


312396

EJEMPLO 103

5. 18 g de 1,3,3,4,5,6,7-heptacloroisocindolenina se calientan durante 20 minutos a 150°, en 300 g de 1,2-diclorobenceno con 23,8 g de 4-ftaloilamino-1-aminobenceno, que se prepara mediante condensación de anhídrido del ácido ftálico con 4-nitroanilina y reducción subsiguiente del grupo nitro. El colorante amarillo precipitado se filtra todavía caliente, se lava con etanol y luego con acetona y se seca. Así se obtienen 32 g de un pigmento amarillo rojizo de la fórmula indicada a continuación, que es de muy buena solidez al sobreamizado, a la migración y a la luz.
- 10.

15.



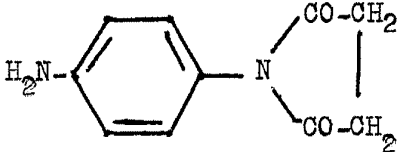
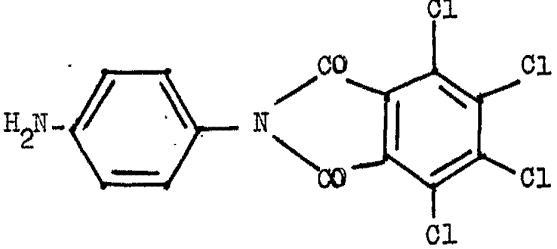
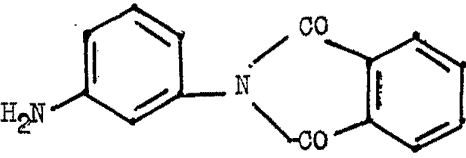
20.

25. Si se sustituyen los 23,8 g de 4-ftaloilamino-1-aminobenceno por la dosis equimolar de una amina indicada en la siguiente tabla 7, se obtiene en forma de trabajo usualmente igual, pigmentos de solidez similar, de los tonos de color indicados en la columna 3.



Tabla 7

312396

Nº	Amina	Colores en láminas de cloruro de polivinilo
10. 104		amarillo
15. 105		amarillo rojizo
20. 106		id.
25.		



312306

Tabla 7 (continuación)

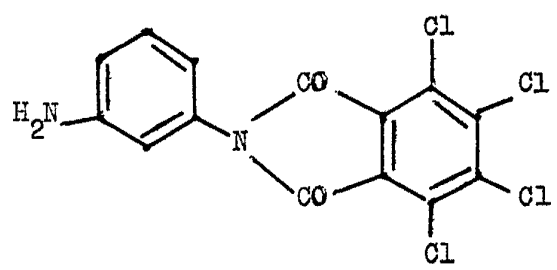
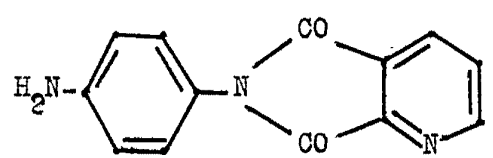
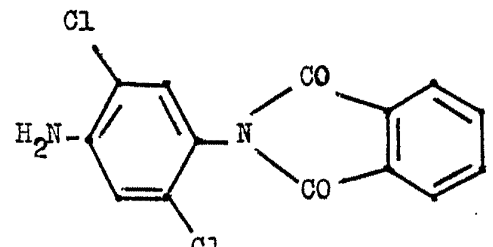
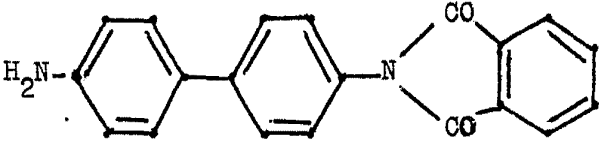
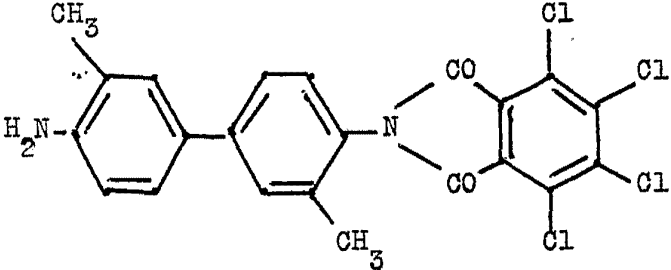
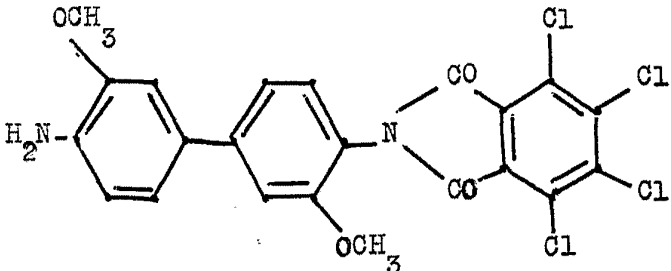
5.	Nº	Amina	Colores en láminas de cloruro de polivinilo
10.	107		amarillo
15.	108		id.
20. 25.	109		amarillo rojizo



Tabla 7 (continuación)

312396

5. Nº	Amina	Colores en lámina de cloruro de polivinilo
10. 113		anaranjado amarillento
15. 114		id.
20. 25. 115		anaranjado



312396

EJEMPLO 116

5. 5,47 g de 1,3,3-tricloro-4,5,6,7-tetrahalogencisoindolenina, cuyos átomos de halógeno constan de una mezcla de cloro y bromo, se calientan durante 5 minutos hasta ebullición con 4,08 g de amida del ácido 2-cloro-5-aminobenzoico en 150 g de ácido acético glacial. El colorante amarillo precipitado se filtra, se lava con etanol y luego con acetona y se seca. Así se obtienen 6,5 g de un pigmento amarillo, que es de muy buena solidez a la luz y a los disolventes.
- 10.

15. La 1,3,3-tricloro-4,5,6,7-tetrahalogenoisindolina se obtiene mediante reacción en oxiclorigenato de fósforo hirviente, de tetrabromoftalimida con 2 moles de pentacloruro de fósforo. Una parte de los átomos de bromo se sustituyen con ello mediante átomos de cloro.

20. Se obtienen pigmentos amarillos con propiedades de solidez simlamente buenas, cuando los 4,08 g de amida del ácido 2-cloro-5-aminobenzoico se sustituyen mediante dosis equimolares de 2,3,4-tricloroanilina, 4-ftaloilamino-1-aminobenceno o (3'-amino-fenilamida) del ácido 4-clorobenzoico.

EJEMPLO 117

25. 40 g de 1,3-bis-fenilimino-4,5,6,7-tetracloroisindolina, 360 g de hidróxido aluminico, 600 g de barniz de



312396

- aceite de linaza de viscosidad media y 2 g de linoleato de cobalto se mezclan sobre un molino de tres cilindros y se muelen. Se obtiene un colorante gráfico que da al imprimir sobre papel, colores amarillo verdosos de solidez a la luz sobresaliente. Se obtienen impresiones de intensidad de color más elevada, matiz más rojo y de solidez a los disolventes más mejorada, cuando se utiliza en lugar de 40 g de 1,3-bis-fenilimino-4,5,6,7-tetracloroisindolina, 40 g de 1,3-bis-(2',4'-diclorofenilimino)-4,5,6,7-tetracloroisindolina o 40 g de 1,3-bis-(2',5'-diclorofenilimino)-4,5,6,7-tetracloroisindolina.
- 5.
- 10.

E J E M P L O 118

- 15 g de 1,3- bis-(2',3'-diclorofenilimino)-4,5,6,7-tetracloroisindolina se muelen en un molino de bolas con 20 g de una goma laca exenta de agua, 3 g de ftalato dibutílico, 5 g de polivinilbutiral, 5 g de monoetiléter de etilenglicol y 52 g de etanol. Al aplicar la suspensión originada como colorante de flexoimpresión sobre papel se obtiene una tinción amarilla de muy buena solidez a los disolventes y a la luz.
- 15.
- 20.

E J E M P L O 119

- 15 g de nitrocelulosa colodión conteniendo un 35% de butanol, 15 gr de una resina de ftalato modificada con
- 25.



312396

- aceite de recino, 15 g de una solución butanólica al 70% de una resina de barniz de urea, 20 g de acetato butílico, 10 g de monoetiléter de glicol, 20 g de tolueno y 5 g de alcohol se elaboran para formar un barniz, este se pig-
5. menta y muele a continuación con 2 g de 1,3-bis-(2'-cloro-5'-sulfamil-fenilimino)-4,5,6,7-tetracloroisindolina (preparado según el ejemplo 83) y 2 g de anhídrido titánico (rutilo). Tras el regado sobre cartón y secado del barniz se obtiene un revestimiento de color amarillo de muy
10. buena solidez a la luz y al sobrebarnizado.

E J E M P L O 120

- A 100 g de un barniz de estufa que consta de 58,5 g de una solución al 60% de una resina alquílica de coco en
15. xileno, 23 de una solución al 65% de una resina de barniz de melamina en butanol, 17 g de xileno y 1,5 g de butanol, se cede un g de 1,3-bis-(4'-ftaloilaminofenilimino)-4,5,6,7-tetracloroisindolina (preparada según el ejemplo 103) y
20. 5 g de anhídridotitánico. La mezcla se muele durante 48 horas en un molino de bolas y se rocía el barniz así pigmentado sobre una superficie de metal pulido. Tras la cochu-
ra a 120° se obtiene una tinción amarillo rojizo de buena solidez a la luz y al sobrebarnizado.



312396

E J E M P L O 121

5. 4 g de 1,3-bis-[4'-(3",4",6",-tetracloroftalcilamino)-fenilimino]-4,5,6,7-tetracloroisindolina (preparada según el ejemplo 105) 35 g de una solución al 60% de una resina alcalínica modificada con urea-formaldehído en xileno-butanol 1:1, 10 g de aceite de trementina y 5 g de xileno se muelen durante 48 horas en un molino de bolas. Tras el rociado del barniz teñido, originado, sobre una lámina de aluminio y cochura a 120° se obtiene un recubrimiento amarillo rojizo de muy buena solidez a la luz, al calor y al sobrebarnizado.
- 10.

E J E M P L O 122

15. 80 g de una resina de poliéster fluida, insaturada, 19,72 g de monoestireno y 0,28 g de un secante de cobalto, que contiene 16% de cobalto, se muelen durante 48 horas en un molino de bolas con un g de 1,3-bis-[2',5'-dicloro-4'-(4"-clorobenzoilamino)-fenilimino]-4,5,6,7-tetracloroisindolina (preparada según el ejemplo 64) y 5 g de anhídrido tánico (butilo). Poco antes de la utilización este barniz se adiciona a una mezcla que consta de 4,15 g de hidropéroxido de cumol (al 70%), 2,52 g de acetato de etilo y 13,33 g de acetato butílico. Tras tirar esta mezcla sobre cartón y secar en el aire se obtiene un recubrimiento anaranjado de muy buena solidez a la luz, al calor y al so-
- 20.
- 25.



brebarnizado.

E J E M P L O 123

5. 24,5 g de una resina epóxida no eterificada, 10,5 g de una resina alquilfenólica ocloreactiva, 35 g de xileno y 30 g de alcohol diacetónico se elaboran para formar un barniz y se muele durante 24 horas en un molino de bolas con 4 g de 1,3-bis-[4'-metil-3'-(4"-clorobenzoilamino)-fenilimino]-4,5,6,7-tetracloroisocindolina (preparada según el ejemplo 40). Tras el rociado sobre láminas de aluminio y cochura a 120° se obtienen recubrimientos de color amarillo rojizo de muy buena solidez al calor, al sobrebarnizado y a la luz.

15. E J E M P L O 124

20. 57 g de polvo de cloruro de polivinilo (polímeros de suspensión) 36 g de ftalato dioctílico, 2 g de dilaurato dibutílico de estaño, 0,3 g de un estabilizador sobre base de fosfato y 0,7 g del pigmento preparado según el ejemplo 1 mediante condensación de 1,3,3-dimetoxi-4,5,6,7-tetracloroisocindolenina con (4'-clorofenilamida) del ácido 2-cloro-aminobenzoico se mezclan y se elabora durante 15 minutos sobre un mezclador de rodillos calentado 160°.
25. A continuación se prepara sobre la calendria una lámina de 0,4 milímetros de espesor. Se tiñe en un tono de color



312596

puro amarillo verdoso. La cloración es estable al calor y sólida a la migración.

EJEMPLO 125

5. Una pasta finamente molida de 50 g de polvo de cloruro polivinílico (polímero de emulsión) 32 g de ftalato dioctílico, 1 g de dilaurato dibutílico de estaño, 0,25 g de un estabilizador sobre base de fosfato, 6 g de polvo de greda, 10,75 g de bencina para laca y 2,5 g de una pasta
10. finamente molida al 40% del pigmento preparado según el ejemplo 1, mediante condensación de 1,3-trimetoxi-4,5,6,7-tetracloroisoidolenina con (4'-clorofenilamida del ácido 2-cloro-5-aminobenzoico en ftalato dioctílico se aplica en una capa de 0,2 milímetros de espesor sobre algodón. Luego el tejido recubierto se calienta durante 3 minutos a 160°, después de lo cual se efectúa una aplicación ulterior de 0,3 milímetros de espesor y se calienta durante otros 3 minutos a 160°. Se obtiene un cuero artificial de color amarilloverdoso, cuya coloración es de muy buena solidez a
15. la migración como también de buena solidez al roce y a la humedad.

EJEMPLO 126

25. 0,2 g del pigmento preparado según el ejemplo 10 mediante condensación de 1,3,3-trimorfolino-4,5,6,7-tetracloro-



312396

- roiscindolenina y amida del ácido 2,4-dicloro-5-aminobenzoico y 100 g de granulado de poliestireno se mezcla y se elaboran sobre el mezclador de rodillos a 130°, hasta que aparece una coloración homogénea. La masa se moldea luego
5. entre dos placas cromadas a 150° para formar placas. La tinción amarilla de las placas es muy sólida a la luz. La pigmentación se puede efectuar en lugar de sobre un mezclador de rodillos también en la prensa de extrusión. Además es posible granular la masa homogénea pigmentada y
10. conformar en la máquina de moldeo por inyección.

E J E M P L O 127

- 0,2 g del pigmento preparado según el ejemplo 70 mediante condensación de 1,3-trimorfolino-4,5,6,7-tetracloroiscindoleina y (2'-cloro-amino-fenilamida) del ácido
15. 4-clorobenzoico, un g de anhídrido titánico (rutilo) y 100 g de granulado de polietileno se mezclan en un bombo y la mezcla se elabora a continuación sobre el mezclador de rodillos a 130°. La masa se prensa caliente para constituir
20. una placa o se conforma en una prensa de extrusión. Las placas muestran un bello tono de color amarillo rojizo de buena solidez a la luz.

E J E M P L O 128

25. Una mezcla de caucho de 40 g de Hevea Latex Crepe,



312396

- 24,5 g de sulfato barico, 24,8 g de greda, 5,22 g de litopon, 4,0 g de óxido de cinc, 0,2 g de parafina, 0,7 g de azufre, 0,18 de agente de vulcanización (Vulkacite P)^R, 0,4 g de un agente de envejecimiento y 2 g del pigmento
5. preparado según el ejemplo 5 mediante condensación de 1,3,3-trimetoxi-4,5,6,7-tetracloroisindolenina con (2',5'-diclorofenilamida) del ácido 2-cloro-5-amino-benzoi-
10. co, se elabora en forma usual sobre el mezclador de rodillo y a continuación se vulcaniza en la prensa durante 10 minutos a 140°.

Se obtiene una coloración amarillo verdosa de buena solidez a la luz y a la migración.

E J E M P L O 129

15. 50 g del pigmento finamente dividido mediante molino de arena, preparado mediante condensación de 1,3,3-trimorfolino-4,5,6,7-tetracloroisindolenina y (2'-cloro-4'-amino-fenilamida) del ácido 2,4-diclorobenzoico (ejemplo
20. 71) se muelen durante 72 horas en un molino de bolas con 12,5 g de sal sódica del producto de condensación de ácido naftalin-2-sulfónico con formaldehído, 0,5 g de hidróxido sódico y 200 g de agua. 5 g de esta pasta se ceden a 2000 g de una solución de xantogenato sódico, preparada a partir de 180 g de celulosa, 180 g de hidróxido sódico, 640 g
25. de sulfuro de carbono y 1000 g de agua, y la suspensión se



3'2396

5. homogeneiza mediante agitación. Tras doce horas de permanencia en vacío se hila la viscosa en forma usual, se desulfura, se lava, se aviva y se seca. Se obtienen fibras de color amarillo puro, cuya coloración es de buena solidez a la luz y a la humedad.

E J E M P L O 130

10. 0,1 g del pigmento preparado según el ejemplo 70 mediante condensación de 1,3,3-trimorfolino-4,5,6,7-tetracloroindolenina y (2'-cloro-4'-amino-fenilamida) del ácido 4-clorobenzoico, 0,5 g de anhídrido titánico (rutilo) y 100 g de granulado de polipropileno se mezclan en un bombo y la mezcla se elabora a 130° a continuación sobre el mezclador de rodillos hasta que se alcanza una mezcla teñida homogénea. La masa se prensa en caliente para constituir hojas homogeneizadas de un milímetro. Las hojas muestran un bello tono de color amarillo rojizo de buena solidez a la luz.
- 15.

20.

E J E M P L O 131

- 100 g de una resina de urea-formaldehído en forma de polvo, que es adecuada como masa de moldeo, 10 g de litopon y 1 g del pigmento preparado según el ejemplo 14, mediante condensación de 1,3,3-trimetoxi-4,5,6,7-
- 25.



312396

tetracloroisocindolenina y amida del ácido 3-amino-4-cloro-
benzoico se muelen durante 16 horas en un molino de bolas,
Luego la masa se prensa en moldes a 140-160°. Las mues-
tras amarillo verdosas poseen buena estabilidad a la luz
y al calor.

5.

- - - - -

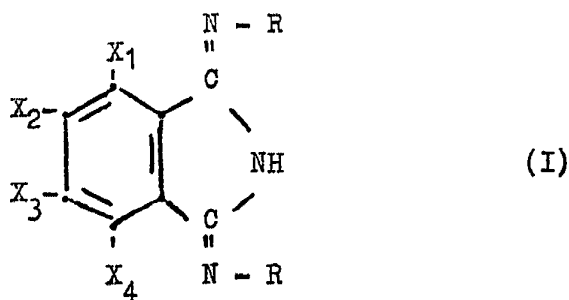


NOTA 312396

Descrito el objeto del presente invento, se declara nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 5665/64 del 30 de abril de 1964:

5. 1. Procedimiento para pigmentar materias orgánicas de alto peso molecular, esencialmente para la preparación de un agente para pigmentar materias orgánicas, de alto peso molecular, caracterizado, porque, como portador de color, se utilizan compuestos de la fórmula I,

10.



en la que

X_1 , X_2 , X_3 y X_4 significan, cada una, cloro o bromo y

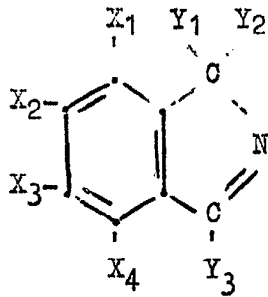
15.

R significa un radical fenílico no sustituido, no ionógeno sustituido o condensado,

312396



que se obtienen mediante reacción de un compuesto de la fórmula II,



(II)

5.

en la que

Y₁, Y₂ e Y₃ significan, cada una, un sustituyente monovalente, capaz de reacción, e Y₁ e Y₂ también significan juntas un sustituyente bivalente, capaz de reacción y

10.

X₁, X₂, X₃ y X₄ tienen la significación indicada bajo la fórmula I,

con dos equivalentes de una fenilamina primaria, no substituída o no ionógena substituída o condensada.

15.

2. Procedimiento, para la preparación de los nuevos compuestos de la fórmula I, en la que R significa un radical fenílico no ionógeno substituído o condensado, que se aplican en los agentes según la reivindicación 1, caracterizado porque un compuesto de la fórmula II, en la que Y₁, Y₂ e Y₃ tienen

20.

la significación indicada bajo la fórmula II en la reivindi-

312396



cación 1, y X_1 , X_2 , X_3 y X_4 tienen la significación indicada bajo la fórmula I en la reivindicación 1, se hace reaccionar con dos equivalentes de una fenilamina primaria, no ionógena sustituida o condensada.

5. 3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque se utiliza un compuesto de la fórmula II, en la que Y_1 , Y_2 e Y_3 indican cada una de ellas, cloro, un grupo de éter o un grupo amino terciario.
10. 4. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque se utiliza un compuesto de la fórmula II, en la que Y_1 e Y_2 representan juntas un grupo imino de la fórmula $=N-R'$, e Y_3 un grupo amino de la fórmula $-NH-R'$, en las que R' representa hidrógeno o un grupo alquílico eventualmente substituido no ionógeno, o un compuesto tautómero del mismo.
15. 5. Procedimiento según las reivindicaciones 2 a 4, caracterizado por la utilización de una halogenfenilamina primaria, cuyo radical fenílico eventualmente está substituido ulteriormente mediante grupos alquílicos inferiores, grupos alcoxi inferiores, el grupo trifluorometilo o el grupo ciano.
20. 6. Procedimiento según las reivindicaciones 2 a 4, caracterizado por la utilización de una fenilamina primaria, cuyo radical fenílico está substituido mediante un grupo amídico de ácido sulfónico o de ácido carboxílico eventualmente substituí-



312306

do en el nitrógeno, y eventualmente está todavía substituído ulteriormente por halógeno, grupos alquílicos inferiores o alcoxi inferiores.

7. Procedimiento según las reivindicaciones 2 a 4, caracterizado por la utilización de una fenilamina primaria cuyo radical fenílico está substituído mediante un grupo carbacilamínico, alcóxicarbonilamídico, cicloalcóxicarbonilamídico o aralcóxicarbonilamídico, por un grupo carbamoilamídico eventualmente substituído en el nitrógeno o mediante un grupo imídico de ácido carboxílico, y eventualmente está todavía substituído ulteriormente por halógeno, grupos alquílicos inferiores y alcoxi inferiores o mediante grupos aralcoxi y ariloxi.
5. 10.

8. Procedimiento para pigmentar materias orgánicas de alto peso molecular.

15. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 76 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 29 de abril de 1965

J.R. GEIGY A-G.

p.a.

Firmado: JOSÉ RODRIGUEZ