

314631
 28 1955

Case 5489/E

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PIGMENTOS COLORANTES MONOAZOICOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

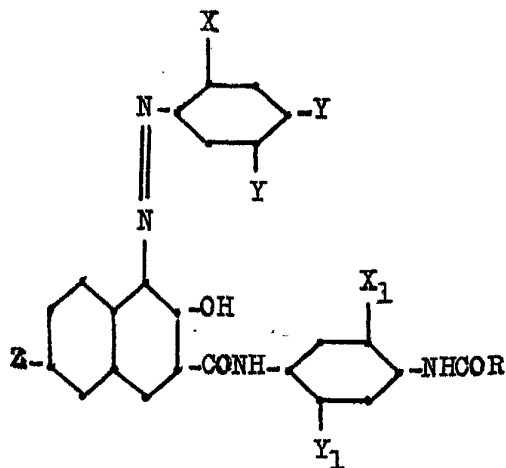
= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a pigmentos colorantes mono-azoicos de la fórmula

5.

(1)



10.



314631

en que

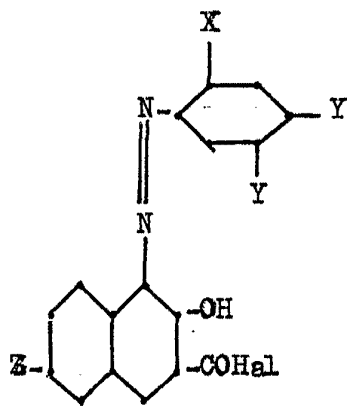
- X significa un átomo de halógeno o un grupo alquilo, alcoxí o nitro,
- una Y significa un átomo de halógeno o un grupo alquilo, alcoxí o nitro, mientras la otra significa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo,
5. Z significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo alcoxí,
- X₁ e Y₁ significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos alquilo o alcoxí y
10. R significa un radical bencénico que está substituido por átomos de halógeno o grupos de alquilo, trifluorometilo y fenilo.
15. Dado que los colorantes de este invento son pigmentos, quedan excluidos, como es lógico, los grupos acuosolubilizantes, en particular los grupos acuosolubilizantes ácidos, como los grupos de ácidos sulfónico y de ácido carboxílico.
20. Se llega a los nuevos colorantes:
- a) si se condensa un haluro de ácido carboxílico de la fórmula

314631 25 JUN 1965



5.

(2)

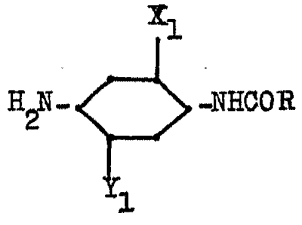


10.

con una amina de la fórmula

15.

(3)



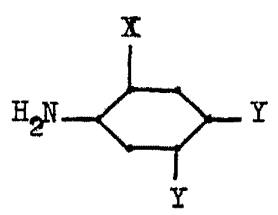
20.

o bien

b) si se copula el compuesto diazoico de una amina de la fórmula

25.

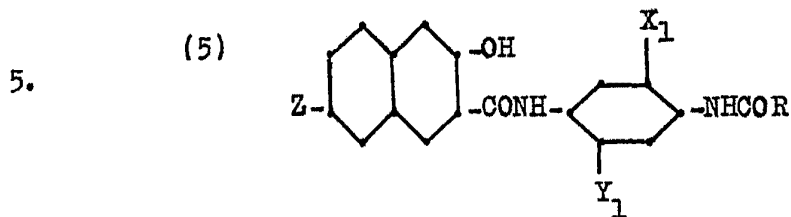
(4)





314631

con un naftol de la fórmula



10. Para la modalidad de realización a) del procedimiento de este invento, se emplean preferentemente los cloruros de ácido carboxílico. Los correspondientes ácidos carboxílicos se obtienen copulando los compuestos diazoicos de una amina de la fórmula (4) con ácido 2,3-hidroxi-naftoico, ácido 2-hidroxi-5-bromo-3-naftoico y ácido 2-hidroxi-6-metoxi-3-naftoico.
- 15.

Como componentes diazoicos cabe citar las aminas siguientes:

20. 2-cloro-4-metil-anilina,
2-cloro-4-metoxi-anilina,
2-cloro-4-nitro-anilina,
2,4-dicloro-anilina,
2,5-dicloro-anilina,
2,5-dibromo-anilina,
25. 2-cloro-5-metil-anilina,
2-cloro-5-metoxi-anilina,

314631



- 2-cloro-5-nitroanilina,
- 2,4-dimetilanilina,
- 2-metil-4-cloroanilina,
- 2-metil-4-metoxianilina,
- 5. 2-metil-4-nitroanilina,
- 2-metil-5-cloroanilina,
- 2-metil-5-metoxianilina,
- 2-metil-5-nitroanilina,
- 2-metoxi-4-cloroanilina,
- 10. 2-metoxi-4-metilanilina,
- 2-metoxi-4-nitroanilina,
- 2-metoxi-5-cloroanilina,
- 2-metoxi-5-metilanilina,
- 2-metoxi-5-nitroanilina,
- 15. 2-nitro-4-cloroanilina,
- 2-nitro-4-metilanilina,
- 2-nitro-4-metoxianilina,
- 2,4-dinitroanilina,
- 2-nitro-5-cloroanilina,
- 20. 2-nitro-5-metilanilina,
- 2-nitro-5-metoxianilina y
- 2-metoxi-4-cloro-5-metilanilina.

Los ácidos carboxílicos de colorante azoico obtenidos se tratan con agentes capaces de convertir los ácidos carboxílicos en sus haluros, por ejemplo cloruros o bro-

25.



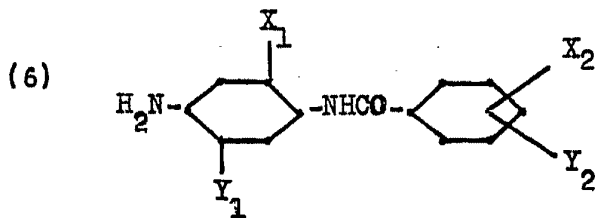
314631

muros; así, en particular, con haluros de fósforo, como el pentabromuro de fósforo o el tricloruro o pentacloruro de fósforo, con oxihaluros de fósforo y, preferentemente, con cloruro de tionilo.

- 5. El tratamiento con tales agentes halogenantes de ácidos se efectúa de conveniencia en disolventes orgánicos indiferentes, como dimetilformamida, clorobencenos (por ejemplo, mono- o di-clorobenceno), tolueno, xileno o nitro-benceno, en el caso de los cinco últimos con eventual adición de dimetilformamida.

- 10. Para la preparación de los haluros de ácido carboxílico es por lo general conveniente secar primeramente los compuestos azoicos preparados en medio acuoso o liberarlos azeotrópicamente del agua por ebullición en un disolvente orgánico. Este secado azeotrópico puede, si se quiere, efectuarse inmediatamente antes del tratamiento con los agentes halogenantes de ácidos.

- 15. Los cloruros de ácido carboxílico de colorante azoico obtenidos se condensan con monoaminas de la fórmula (3), en particular con las de la fórmula



25.



314631

en que

- X_1 e Y_1 significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos alquilo o alcoxi,
5. X_2 significa un átomo de halógeno o un grupo alquilo, trifluorometilo o fenilo e
- Y_2 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo alquilo o alcoxi.

A títulos de ejemplos cabe citar las aminas siguientes:

10. 2,5-dicloro-4-(4'-clorobenzoilamino)-anilina,
2,5-dicloro-4-(2',4'-diclorobenzoilamino)-anilina,
2,5-dicloro-4-(2',5'-diclorobenzoilamino)-anilina,
2,5-dicloro-4-(4'-metilbenzoilamino)-anilina,
15. 2,5-dicloro-4-(4'-fenilbenzoilamino)-anilina,
2,5-dimetil-4-(4'-clorobenzoilamino)-anilina,
2,5-dimetil-4-(2',4'-diclorobenzoilamino)-anilina,
2,5-dimetil-4-(2',5'-diclorobenzoilamino)-anilina,
2,5-dimetil-4-(4'-metilbenzoilamino)-anilina,
20. 2,5-dimetil-4-(4'-fenilbenzoilamino)-anilina,
2-cloro-5-metil-4-(4'-clorobenzoilamino)-anilina,
2-cloro-5-metil-4-(2',5'-diclorobenzoilamino)-anilina,
2-cloro-5-metil-4-(4'-metilbenzoilamino)-anilina,
3-trifluorometil-4-(4'-clorobenzoilamino)-anilina,
25. 2-cloro-5-metil-4-(4'-fenilbenzoilamino)-anilina,
2-metoxi-5-cloro-4-(4'-clorobenzoilamino)-anilina,



314631

- 2-metoxi-5-cloro-4-(2',5'-diclorobenzoilamino)-anilina,
2-metoxi-5-cloro-4-(4'-metilbenzoilamino)-anilina,
2-metoxi-5-cloro-4-(4'-fenilbenzoilamino)-anilina,
4'-clorobenzoilaminoanilina,
5. 4'-metilbenzoilaminoanilina,
4'-fenilbenzoilaminoanilina y
2',4'-diclorobenzoilaminoanilina.

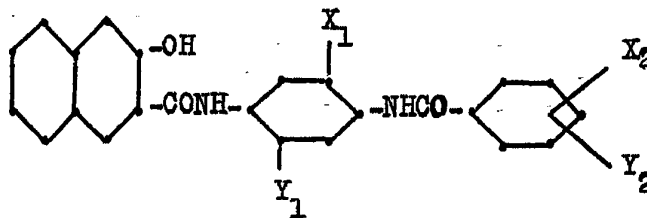
10. La condensación entre los haluros de ácido carbo-
xílico del tipo mencionado al principio y las aminas se efec-
túa convenientemente en medio anhidro. En estas condiciones,
la condensación se desarrolla por lo general con sorprenden-
te facilidad, aún a temperaturas que se hallan en la gama
de ebullición de los disolventes orgánicos normales, como
15. el tolueno, el monoclorobenceno, el diclorobenceno, el tri-
clorobenceno, el nitrobenceno y análogos. Para acelerar la
reacción se recomienda en general emplear un agente acceptor
de ácido, como acetato sódico anhidro o piridina. Los colo-
rantes obtenidos son en parte cristalinos y en parte amorfos,
y la mayoría de las veces se obtienen con muy buen rendimien-
20. to y en estado puro. Es conveniente segregar primeramente
los cloruros de ácido obtenidos de los ácidos carboxílicos.
Pero en muchos casos puede renunciarse, sin perjuicio, a la
separación de los cloruros de ácido y efectuarse la conden-
sación inmediatamente después de la preparación de los clo-
25. ruros de ácido carboxílico.



Según la modalidad b) de realización del procedimiento de este invento, se llega a los nuevos colorantes si se copulan los compuestos diazoicos de una amina de la fórmula (4) con un naftol de la fórmula (5), en particular con uno de la fórmula

5.

10.



15.

donde X_1 , Y_1 , X_2 e Y_2 tienen el mismo significado que se ha expuesto antes.

20.

La copulación se produce mediante la adición gradual de la solución acuosoalcalina del componente de copulación a la solución ácida de la sal de diazonio. La cantidad de hidróxido alcalino que ha de emplearse para la solución del componente de copulación se mide de conveniencia de modo que baste para la neutralización del ácido mineral que se libera de la sal de diazonio durante la copulación. Esta se realiza convenientemente con un pH de 4 a 6. El pH se ajusta ventajosamente mediante la adición de un amortiguador o tampón. En concepto de amortiguadores entran en

25.



- consideración, por ejemplo, las sales, en particular las sales alcalinas, del ácido fórmico, del ácido fosfórico o, sobre todo, del ácido acético. La solución alcalina del componente de copulación contiene de conveniencia un agente humectante, dispersante o emulgente, por ejemplo un sulfonato de aralquilo, como el sulfonato de dodecílbenzeno o la sal sódica del ácido 1,1'-naftilmetansulfónico, productos de la policondensación de óxido de alquileo, como el producto de la actuación del óxido de etileno sobre el p-terciooctilfenol, y asimismo ésteres alquílicos de sulforricinoleatos, por ejemplo sulforricinoleatos de n-butilo. La dispersión del componente de copulación puede contener también, ventajosamente, coloides protectores, por ejemplo metilcelulosa o pequeñas cantidades de disolventes orgánicos inertes, insolubles o difícilmente solubles en agua, por ejemplo hidrocarburos aromáticos, eventualmente halogenados o nitrados, como benceno, tolueno, xileno, clorobenceno, diclorobencenos o nitrobenceno, y asimismo hidrocarburos halogenados alifáticos, como por ejemplo tetracloruro de carbono o tricloroetileno, lo mismo que disolventes orgánicos miscibles con el agua, como acetona, metiletilcetona, metanol, etanol o isopropanol.
5. humectante, dispersante o emulgente, por ejemplo un sulfonato de aralquilo, como el sulfonato de dodecílbenzeno o la sal sódica del ácido 1,1'-naftilmetansulfónico, productos de la policondensación de óxido de alquileo, como el producto de la actuación del óxido de etileno sobre el p-terciooctilfenol, y asimismo ésteres alquílicos de sulforricinoleatos, por ejemplo sulforricinoleatos de n-butilo. La dispersión del componente de copulación puede contener también, ventajosamente, coloides protectores, por ejemplo metilcelulosa o pequeñas cantidades de disolventes orgánicos inertes, insolubles o difícilmente solubles en agua, por ejemplo hidrocarburos aromáticos, eventualmente halogenados o nitrados, como benceno, tolueno, xileno, clorobenceno, diclorobencenos o nitrobenceno, y asimismo hidrocarburos halogenados alifáticos, como por ejemplo tetracloruro de carbono o tricloroetileno, lo mismo que disolventes orgánicos miscibles con el agua, como acetona, metiletilcetona, metanol, etanol o isopropanol.
10. humectante, dispersante o emulgente, por ejemplo un sulfonato de aralquilo, como el sulfonato de dodecílbenzeno o la sal sódica del ácido 1,1'-naftilmetansulfónico, productos de la policondensación de óxido de alquileo, como el producto de la actuación del óxido de etileno sobre el p-terciooctilfenol, y asimismo ésteres alquílicos de sulforricinoleatos, por ejemplo sulforricinoleatos de n-butilo. La dispersión del componente de copulación puede contener también, ventajosamente, coloides protectores, por ejemplo metilcelulosa o pequeñas cantidades de disolventes orgánicos inertes, insolubles o difícilmente solubles en agua, por ejemplo hidrocarburos aromáticos, eventualmente halogenados o nitrados, como benceno, tolueno, xileno, clorobenceno, diclorobencenos o nitrobenceno, y asimismo hidrocarburos halogenados alifáticos, como por ejemplo tetracloruro de carbono o tricloroetileno, lo mismo que disolventes orgánicos miscibles con el agua, como acetona, metiletilcetona, metanol, etanol o isopropanol.
15. humectante, dispersante o emulgente, por ejemplo un sulfonato de aralquilo, como el sulfonato de dodecílbenzeno o la sal sódica del ácido 1,1'-naftilmetansulfónico, productos de la policondensación de óxido de alquileo, como el producto de la actuación del óxido de etileno sobre el p-terciooctilfenol, y asimismo ésteres alquílicos de sulforricinoleatos, por ejemplo sulforricinoleatos de n-butilo. La dispersión del componente de copulación puede contener también, ventajosamente, coloides protectores, por ejemplo metilcelulosa o pequeñas cantidades de disolventes orgánicos inertes, insolubles o difícilmente solubles en agua, por ejemplo hidrocarburos aromáticos, eventualmente halogenados o nitrados, como benceno, tolueno, xileno, clorobenceno, diclorobencenos o nitrobenceno, y asimismo hidrocarburos halogenados alifáticos, como por ejemplo tetracloruro de carbono o tricloroetileno, lo mismo que disolventes orgánicos miscibles con el agua, como acetona, metiletilcetona, metanol, etanol o isopropanol.
20. humectante, dispersante o emulgente, por ejemplo un sulfonato de aralquilo, como el sulfonato de dodecílbenzeno o la sal sódica del ácido 1,1'-naftilmetansulfónico, productos de la policondensación de óxido de alquileo, como el producto de la actuación del óxido de etileno sobre el p-terciooctilfenol, y asimismo ésteres alquílicos de sulforricinoleatos, por ejemplo sulforricinoleatos de n-butilo. La dispersión del componente de copulación puede contener también, ventajosamente, coloides protectores, por ejemplo metilcelulosa o pequeñas cantidades de disolventes orgánicos inertes, insolubles o difícilmente solubles en agua, por ejemplo hidrocarburos aromáticos, eventualmente halogenados o nitrados, como benceno, tolueno, xileno, clorobenceno, diclorobencenos o nitrobenceno, y asimismo hidrocarburos halogenados alifáticos, como por ejemplo tetracloruro de carbono o tricloroetileno, lo mismo que disolventes orgánicos miscibles con el agua, como acetona, metiletilcetona, metanol, etanol o isopropanol.

La copulación puede efectuarse también, ventajosamente, procediendo a combinar continuamente una solución ácida de la sal de diazonio con una solución alcalina del

25.



- componente de copulación, en una boquilla mezcladora, con lo cual se produce una copulación inmediata de los componentes. Hay que procurar que el componente diazoico y el componente de copulación se hallen en la boquilla mezcladora en cantidades equimoleculares, y en tal caso resulta ventajoso un pequeño exceso del componente de copulación. Esto se logra de la manera más sencilla controlando el pH del líquido en la boquilla mezcladora. También hay que procurar que en la boquilla mezcladora se produzca una intensa turbulencia de las dos soluciones. La dispersión de colorante originada se retira continuamente de la boquilla mezcladora y el colorante se separa por filtración.
- 5.
- 10.

- Los nuevos colorantes constituyen valiosos pigmentos que pueden emplearse para las más diversas aplicaciones pigmentarias, por ejemplo, en forma finamente dividida, para teñir seda artificial y viscosa, o éteres y ésteres de celulosa, o superpoliamidas y superpoliuretanos o poliésteres en la masa para hilar, y asimismo para la preparación de barnices coloreados o formadores de barnices, soluciones o productos de acetilcelulosa, nitrocelulosa, resinas naturales o artificiales, como resinas de polimerización o resinas de condensación, por ejemplo aminoplastos, resinas alquídicas, fenoplastos, poliolefinas como el poliestireno, el cloruro de polivinilo, el polietileno, el polipropileno y el poliacrilonitrilo, goma, caseína, silicona y resinas
- 15.
- 20.
- 25.



de silicona. También se los puede emplear ventajosamente para la elaboración de lápices de colores, preparados cosméticos o placas laminadas.

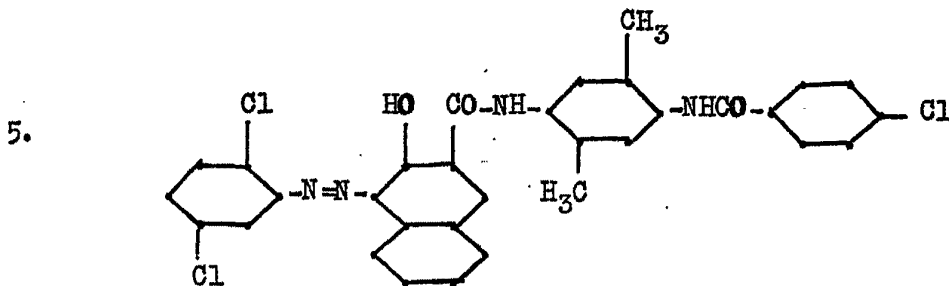
- En los ejemplos que siguen, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están señaladas en grados centígrados.
- 5.

E J E M P L O 1

10. Se copulan de la manera ordinaria 1,62 partes de 2,5-dicloroanilina, diazoada, con 1,88 partes de ácido 2,3-hidroxinaftoico. Se seca el colorante azoico obtenido y, con cloruro de tionilo, se le transforma en el cloruro de ácido carboxílico de colorante azoico. Se agita este último en 200 partes de o-diclorobenceno y se añade una solución de 2,4 partes de 2,5-dimetil-4-(4'-clorobenzoilamino)-1-aminobenceno en 50 partes de o-diclorobenceno. La temperatura de la mezola es de 45 a 50°. Se calienta luego a 140° en 1 a 1 1/2 horas y se agita a temperatura de 140 a 145° durante 10 horas. Luego se deja enfriar hasta 100°, se separa por succión y se lava con 500 partes de o-diclorobenceno caliente, a continuación con 200 partes de metanol frío y, por último, con agua caliente y se seca en vacío a temperatura de 70 a 80°.
- 15.
- 20.
- 25.



El colorante obtenido, de la fórmula



10. es un polvo rojo, muy finamente cristalino, difícilmente soluble hasta insoluble en la mayoría de los disolventes orgánicos. En ácido sulfúrico concentrado se disuelve dando coloración rojo azulada. Tíñe los plásticos, como el cloruro de polivinilo, y las lacas o barnices con tonos brillantes rojos, de muy buena solidez a la migración y al sobrelaqueado y de excelente solidez a la luz.
- 15.

20. Siguiendo las indicaciones de este ejemplo, los ácidos carboxílicos de colorante azoico obtenibles a partir de los componentes diazoicos de la columna I y los componentes de copulación de la columna II de la tabla que sigue pueden hacerse reaccionar, pasando por los correspondientes cloruros de ácido carboxílico, con las bases de condensación de la columna III. La columna IV indica la tonalidad tintórea de una hoja de cloruro de polivinilo teñida con el
25. pigmento.

314631

25



	I	II	III	IV	
5.	1	2,5-dicloro-anilina	ácido 2,3-hidroxinaftoico	2-metoxi-5-cloro-4-(4'-cloro)-benzoilaminoanilina	escarlata
	2	"	"	4-(4'-cloro)-benzoilaminoanilina	"
10.	3	"	"	4-(4'-fenil)-benzoilaminoanilina	rojo
	4	"	"	4-(4'-metil)-benzoilaminoanilina	escarlata
15.	5	"	"	2,5-dimetil-4-(4'-fenil)-benzoilaminoanilina	rojo
	6	"	"	2,5-dicloro-4-(4'-metil)-benzoilaminoanilina	"
20.	7	"	"	2,5-dicloro-4-(2'-cloro)-benzoilaminoanilina	"
25.	8	"	"	2,5-dicloro-4-(3',4'-dicloro)-benzoilaminoanilina	"



314631 25 JUN 1965

	I	II	III	IV	
5.	9	2,5-dicloro-anilina	ácido 2,3-hidroxinaftoico	4-(4'-trifluorometil)-benzoilaminoanilina	rojo anaranjado
	10	"	"	4-(2',4'-dicloro)-benzoilaminoanilina	"
10.	11	"	"	2-metil-5-cloro-4-(4'-cloro)-benzoilaminoanilina	rojo
	12	"	"	2,5-dimetil-4-(3'-metil)-benzoilaminoanilina	"
15.	13	"	"	2,5-dimetil-4-(2'-cloro)-benzoilaminoanilina	"
	14	"	ácido 2-hidroxí-6-bromo-3-naftoico	2,5-dimetil-4-(4'-cloro)-benzoilaminoanilina	rojo azulado
20.	15	"	ácido 2-hidroxí-6-metoxi-3-naftoico	"	burdeos



314631

	I	II	III	IV
5.	16 2,5-dibromo-anilina	ácido 2,3-hidroxinaftoico	2,5-dimetil-4-(4'-cloro)-benzoilaminoanilina	rojo
	17 "	"	2,5-dicloro-4-(4'-cloro)-benzoilaminoanilina	escarlata
10.	18 5-cloro-2-metoxianilina	"	2,5-dimetil-4-(4'-cloro)-benzoilaminoanilina	rojo
	19 4-nitro-2-metil-anilina	"	4-(4'-cloro)-benzoilaminoanilina	"
15.	20 5-metil-4-cloro-2-metoxianilina	"	"	"
	21 4-nitro-2-metoxianilina	"	2,5-dimetil-4-(4'-cloro)-benzoilaminoanilina	rojo pardusco
20.	22 "	"	4-(4'-metil)-benzoilaminoanilina	rojo azulado



1965

314631

	I	II	III	IV
5.	23 4-nitro-2-metoxianilina	ácido 2,3-hidroxinaftoico	2,5-dicloro-4-(4'-cloro)-benzoilaminoanilina	rojo pardusco
	24 2-metil-5-cloroanilina	"	4-(4'-metil)-benzoilaminoanilina	rojo
10.	25 "	"	2,5-dimetil-4-(4'-cloro)-benzoilaminoanilina	"
15.	26 2,5-dicloroanilina	"	2,5-dimetil-4-(2',4'-dicloro)-benzoilaminoanilina	"
20.	27 "	"	2,5-dimetil-4-(2',5'-dicloro)-benzoilaminoanilina	"



314631

E J E M P L O 2

5. En 150 partes de agua a 55° y 1 parte del producto de condensación de 8 moles de óxido de etileno con 1 mol de p-terciocetilfenol, se introducen 16,2 partes de 2,5-dicloroanilina. Se trata con 30 partes de ácido clorhídrico al 30%, lo que hace que la temperatura suba a 65°. Luego se agita durante 30 minutos y se enfria hasta 0° mediante adición de hielo. Se diazoa por adición de 30 partes de solución 4-n de nitrito sódico y, terminada la reacción, se filtra.

10. Por otra parte, se disuelven 45 partes de 2',5'-dimetil-4'-(4"-cloro)-benzoilaminoanilida de ácido 2-oxi-3-naftoico en 100 partes de etanol, 10 partes de lejía de sosa cáustica al 30 %, 200 partes de agua y 100 partes de éter monoetílico de etilenglicol. Se agrega a la solución 1 parte del producto de condensación de 8 moles de óxido de etileno con 1 mol de p-terciocetilfenol y a continuación se precipita el naftol con 100 partes de ácido acético glacial y agitando bien. Se copula por adición de 50 partes de acetato sódico cristalizado y de la solución diazoica descrita en el párrafo 1, mientras se mantiene un pH de 3 a 4 y una temperatura de 20 a 25°. Para terminar la copulación, se prosigue la agitación durante 2 horas a la misma temperatura, se ajusta a reacción ácida con la suspensión de pigmento originada, mediante adición de ácido

314631



5. clorhídrico, y se filtra. Se lava con agua caliente hasta que ya no se aprecian en el filtrado más iones de cloro, y se seca en vacío a temperatura de 80 a 90°. El colorante pigmentario rojo, que se obtiene con buen rendimiento, es idéntico al obtenido según el párrafo 1 del Ejemplo 1 y tinte los plásticos, como el cloruro de polivinilo, y los barnices con tonos rojos de buena solidez a la migración, al sobrelaqueado y a la luz.

10. EJEMPLO 3

Se diazoan y clarifican por filtración, procediendo como en el Ejemplo 2, 16,2 partes de 2,5-dicloroanilina.

15. Por otra parte, se disuelven en frío 150 partes de 2',5'-dimetil-4'-(4"-cloro)-benzoilaminoanilida de ácido 2-oxi-3-naftoico en una mezcla de 150 partes de éter mono-
20. etílico de etilenglicol y 100 partes de lejía de sosa cáustica al 30%. Ambas soluciones se aportan, si es preciso después de diluirlas con agua, continuamente a una boquilla
mezcladora, en la que se produce una copulación inmediata de los componentes. Regulando la aportación de las soluciones se procura que el pH en la boquilla mezcladora se mantenga entre 5 y 6. La temperatura debe ser de 35 a 40°; se
25. la puede regular mediante adición de agua a las soluciones



314631

- de los componentes. Se filtra la suspensión de colorante originada y se lava el residuo del filtro; luego se agita este último con una mezcla de 20 partes de agua, 110 partes de éter monoetílico de etilenglicol y 100 partes de o-diclorobenceno y se filtra el conjunto. Se lava el residuo del filtro, primeramente con éter monoetílico de etilenglicol y luego con metanol, y se seca en vacío a temperatura de 70 a 80°. El colorante obtenido, con rendimiento casi cuantitativo, corresponde en matiz, pureza, finura de división y propiedades de solidez al producto obtenido según el Ejemplo 1.
- 5.
- 10.

- Se logra una finura de distribución sumamente buena del producto obtenido, si se añade a la solución del componente diazoico o del componente de copulación un humectante aniónico o no ionógeno, por ejemplo la sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecilbencimidazol-disulfónico.
- 15.

E J E M P L O 4

- Se agitan conjuntamente 65 partes de cloruro de polivinilo estabilizado, 35 partes de ftalato de dioctilo y 0,2 partes del colorante obtenido según el primer párrafo del Ejemplo 1 y luego se lamina el conjunto en vaivén en una calandria de dos rodillos, a 140° y durante 7 minutos. Se obtiene una hoja teñida de rojo, de muy buena solidez a la luz y a la migración.
- 20.
- 25.

- - - - -

314631

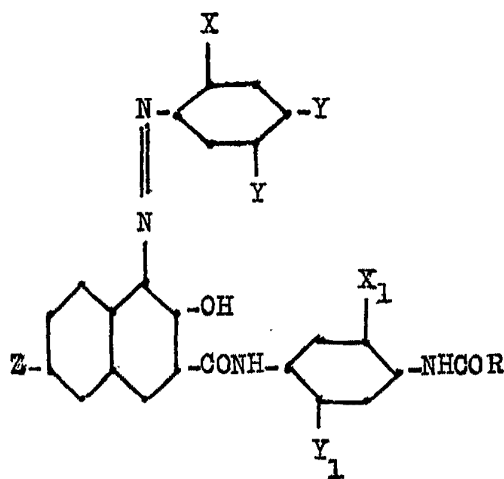


N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones, con prioridad de las solicitudes de patentes suizas nº 8414/64 del 26 de Junio de 1.964 y nº 7532/65 del 31 de Mayo de 1.965, existiendo en ambas unidad de invención.

1.- Procedimiento para la preparación de pigmentos colorante monoazoicos, de la fórmula

10.



15.

20. en que

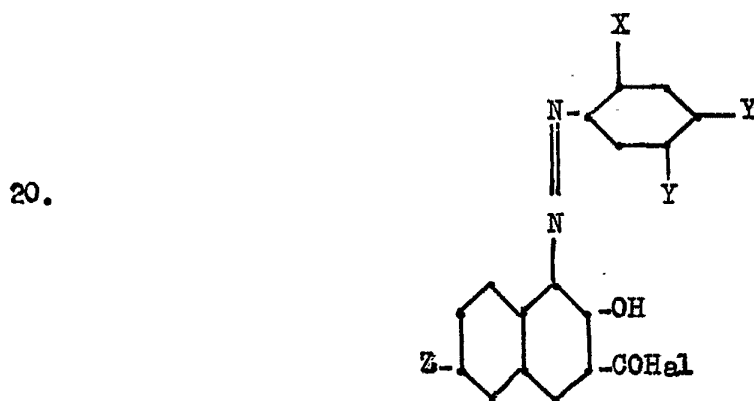
314631



- X significa un átomo de halógeno o un grupo alquilo, alcoxi o nitro,
- una Y significa un átomo de halógeno o un grupo alquilo, alcoxi o nitro, mientras la otra significa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo,
5. Z significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo alcoxi,
- X_1 e Y_1 significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos alquilo o alcoxi y
10. R significa un radical bencénico que está sustituido por átomos de halógeno o grupos de alquilo, trifluorometilo y fenilo,

caracterizado por:

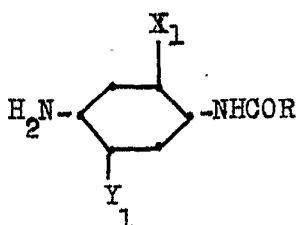
15. a) condensarse un haluro de ácido carboxílico de la fórmula



25. con una amina de la fórmula



5.



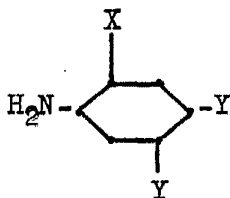
en que X_1 , Y_1 y R tienen el mismo significado que se ha expuesto antes,

10.

o bien

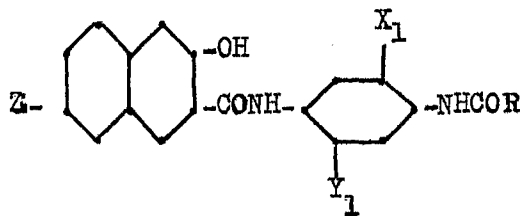
b) copularse el compuesto diazoico de una amina de la fórmula

15.



con un naftol de la fórmula

20.



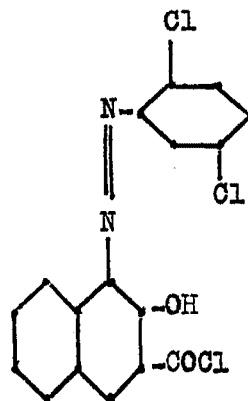
25.

25 JUN 1966
RECEIVED
LIBRARY

314631

2.- Procedimiento como se define en la reivindicación 1, caracterizado por emplearse como haluro de ácido carboxílico un cloruro de la fórmula

5.

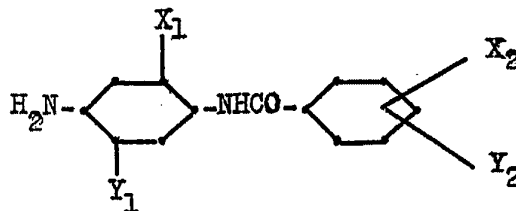


10.

15.

3.- Procedimiento como se define en las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por efectuarse la condensación con una amina de la fórmula

20.



25.

en que

314631



X_1 e Y_1 significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos alquilo o alcoxi,

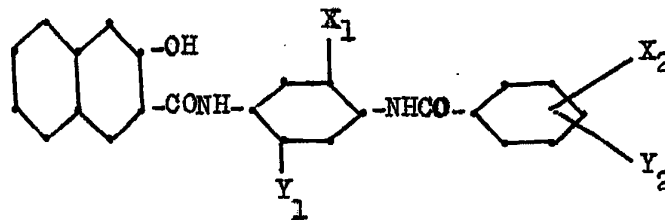
X_2 significa un átomo de halógeno o un grupo alquilo, trifluorometilo o fenilo e

5. Y_2 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo alquilo o alcoxi.

10. 4.- Procedimiento como se define en la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, como componente diazoico, 2,5-dicloroanilina.

5.- Procedimiento como se define en las reivindicaciones 1 y 4, caracterizado por emplearse como naftol un compuesto de la fórmula

15.



20.

en que X_1 , Y_1 , X_2 e Y_2 tienen el significado ya expuesto.

25. 6.- Procedimiento para la preparación de pigmentos colorante monoazoicos.

314631



Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de 26 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 25 de Junio de 1.965.

p. a. JAIME ISERN
p. p.