

322224 40 ENE. 1956



CASE 5623/E

322224

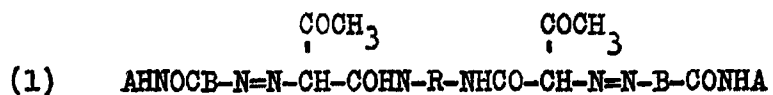
P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA SINTESIS DE PIGMENTOS COLORANTES DISAZOICOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, domiciliada en Basilea (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha descubierto que se llega a valiosos pigmentos colorantes disazoicos, de la fórmula



5.

si

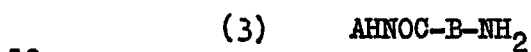
a) se condensa un dihaluro de un ácido dicarboxílico de la fórmula



con un aminobenceno, en la proporción molar 1:2,

5. o bien

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



con una diacetoacetyl-arilendiamina de la fórmula



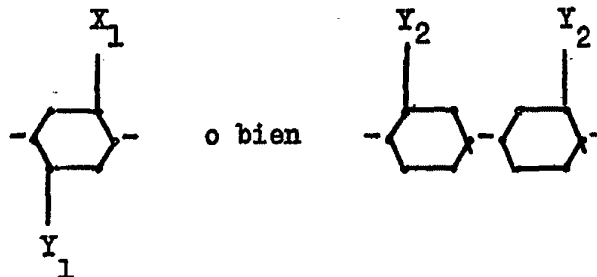
en la proporción molar 2:1.

En las fórmulas antes indicadas

- 20. A significa un radical bencénico,
 - B significa un radical bencénico que presenta, en posición orto respecto al grupo azoico, un grupo de éster de ácido carboxílico y
 - R significa un radical arilénico, en particular un radical fenilénico o difenilénico, de preferencia un radical de las fórmulas
- 25.



5.



en las cuales

10. X_1 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo alquilo o alcoxi,
 Y_1 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo alquilo, alcoxi o trifluorometilo e
 Y_2 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo alquilo alcoxi.

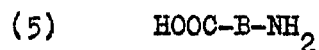
15.

Dado que los colorantes de este invento son pigmentos, los grupos hidrosolubilizantes, en particular los grupos hidrosolubilizantes ácidos, como los grupos de ácido sulfónico o ácido carboxílico, están, lógicamente, excluidos.

20.

El ácido dicarboxílico de la fórmula (2) se obtiene convenientemente mediante copulación del compuesto diazoico de un ácido monocarboxílico de la fórmula

25.



donde

B tiene el significado expuesto antes,



con un compuesto de la fórmula (4), en la proporción molar 2:1. El compuesto de la fórmula (4) se obtiene de manera sencilla por la acción de diceteno o éster de ácido acetoacético sobre diaminas aromáticas, como por ejemplo:

- 5. el 1,4-diaminobenceno,
el 1,3-diaminobenceno,
el 1,3-diamino-4-metilbenceno,
el 1,3-diamino-4-metoxibenceno,
- 10. el 1,3-diamino-4-clorobenceno,
el 1,4-diamino-2-clorobenceno,
el 1,4-diamino-2-bromobenceno,
el 1,4-diamino-2,5-diclorobenceno,
el 1,4-diamino-2-metilbenceno,
- 15. el 1,4-diamino-2,5-dimetilbenceno,
el 1,4-diamino-2-metoxibenceno,
el 1,4-diamino-2,5-dimetoxibenceno,
el 1,4-diamino-2,5-dietoxibenceno,
- 20. el 1,3-diamino-4,6-dimetilbenceno,
el 1,3-diamino-2,6-dimetilbenceno,
el 4,4'-diaminodifenilo,
el 3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo,
el 3,3'-dimetil-4,4'-diaminodifenilo,
el 3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo,
- 25. el 3,3',5,5'-tetracloro-4,4'-diaminodifenilo,

322224

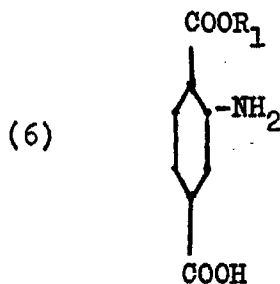


el 3,3'-dicloro-5,5'-dimetil-4,4'-diaminodifenilo,
el 2,8-diaminocriseno,
el 4,11-diaminofluoranteno y
las 2,6- o 1,5-diaminonaftalinas.

5.

Los ácidos aminocarboxílicos que han de emplearse
como componentes diazoicos corresponden preferentemente a la
fórmula

10.



15.

donde

20.

R_1 significa un radical alquilo inferior,

Como ejemplos, cabe citar:

el éster metílico del ácido 2-amino-4-carboxi-ben-
zoico,

el éster etílico del ácido 2-amino-4-carboxi-ben-
zoico,

25.

el éster propílico del ácido 2-amino-4-carboxi-
benzoico,

322224



el éster isopropílico del ácido 2-amino-4-carboxi-
benzoico y

el éster butílico del ácido 2-amino-4-carboxi-
benzoico.

5. Los ácidos azodicarboxílicos de la fórmula (2) se
tratan con agentes capaces de transformar los ácidos carboxíli-
cos en sus haluros (como los bromuros o los cloruros); por
ejemplo, con haluros de fósforo, como el tricloruro, el penta-
cloruro o el oxiclорuro de fósforo, pero en particular con clo-
10. ruro de tionilo.

- El tratamiento con tales agentes halogenadores de los
ácidos se efectúa de conveniencia en disolventes orgánicos indi-
ferentes, como clorobencenos (por ejemplo, mono- o di-cloroben-
ceno), tolueno, xileno, benceno o nitrobenzeno. Cuando se emplea
15. cloruro de tionilo como agente clorador de los ácidos, resulta
ventajoso actuar en presencia de dialquilformamidas, en parti-
cular dimetilformamida.

- Para la síntesis de los haluros de ácido carboxílico
es por lo general conveniente secar de antemano los compuestos
20. azoicos preparados en medio acuoso o bien exonerarlos del agua
aceotrópicamente mediante ebullición en un disolvente orgánico.
Este secado aceótropo puede realizarse, si se quiere, inmediata-
mente antes del tratamiento con los agentes halogenadores de
ácido.

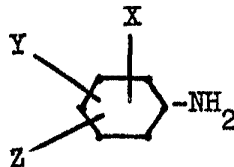
25. Los haluros de ácido dicarboxílico que así se obtie-
nen se hacen reaccionar con aminobencenos, en particular con los

322224



de la fórmula

5.



donde

10.

X, Y y Z significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos alquilo, alcoxi, fenoxi, trifluorometilo, carboalcoxi o ciano.

A título de ejemplos cabe citar:

15.

la anilina,
la 2-, 3- o 4-cloroanilina,
la 2,5-dicloroanilina,
la 2,4,5-tricloroanilina,
la 2,4,6-tricloroanilina,
la 4-bromoanilina,

20.

la 2-, 3- o 4-metilamina,
la 2-, 3- o 4-metoxianilina,
la 2-metil-3-cloroanilina,
la 2-metil-4-cloroanilina,
la 2-metil-5-cloroanilina,
la 3-trifluorometilanilina,
la 2-cloro-5-trifluorometilanilina,
25.
la 3,5-di-(trifluorometil)-anilina,

322224



5. el éster metílico del ácido 2-aminobenzoico,
el éster metílico del ácido 2-aminobenzoico,
el éster metílico del ácido 4-aminobenzoico,
el éster metílico del ácido 3-amino-4-clorobenzoico,
el éster metílico del ácido 3-amino-4-metoxibenzoico y
la 4-cianoanilina.

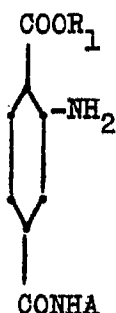
- La condensación entre los haluros de ácido carboxílico de la indole expuesta al principio y las aminas se efectúa convenientemente en medio anhidro. En estas condiciones, la condensación se desarrolla por lo general con sorprendente facilidad, aún a temperaturas que se hallan dentro del campo de ebullición de los disolventes orgánicos normales, como el tolueno, el monoclorobenceno, el diclorobenceno, el triclorobenceno y el nitrobenzeno. Para acelerar la reacción, se recomienda por lo general emplear un agente aceptor de ácido, como el acetato sódico anhidro o la piridina. Los colorantes obtenidos son en parte cristalinos y en parte amorfos, y la mayoría de ellos se obtienen con muy buen rendimiento y en estado de pureza. Es conveniente segregar de antemano los cloruros de ácido obtenidos de los ácidos carboxílicos. Pero en muchos casos puede renunciarse sin detrimento a la segregación de los cloruros de ácido y efectuarse la condensación a continuación inmediata de la síntesis de los cloruros de ácido carboxílico.
10. convenientemente en medio anhidro. En estas condiciones, la condensación se desarrolla por lo general con sorprendente facilidad, aún a temperaturas que se hallan dentro del campo de ebullición de los disolventes orgánicos normales, como el tolueno, el monoclorobenceno, el diclorobenceno, el triclorobenceno y el nitrobenzeno. Para acelerar la reacción, se recomienda por lo general emplear un agente aceptor de ácido, como el acetato sódico anhidro o la piridina. Los colorantes obtenidos son en parte cristalinos y en parte amorfos, y la mayoría de ellos se obtienen con muy buen rendimiento y en estado de pureza. Es conveniente segregar de antemano los cloruros de ácido obtenidos de los ácidos carboxílicos. Pero en muchos casos puede renunciarse sin detrimento a la segregación de los cloruros de ácido y efectuarse la condensación a continuación inmediata de la síntesis de los cloruros de ácido carboxílico.
15. Según la modalidad de realización b) del procedimiento de este invento, se copula, en la proporción molar de 2:1,
20. convenientemente en medio anhidro. En estas condiciones, la condensación se desarrolla por lo general con sorprendente facilidad, aún a temperaturas que se hallan dentro del campo de ebullición de los disolventes orgánicos normales, como el tolueno, el monoclorobenceno, el diclorobenceno, el triclorobenceno y el nitrobenzeno. Para acelerar la reacción, se recomienda por lo general emplear un agente aceptor de ácido, como el acetato sódico anhidro o la piridina. Los colorantes obtenidos son en parte cristalinos y en parte amorfos, y la mayoría de ellos se obtienen con muy buen rendimiento y en estado de pureza. Es conveniente segregar de antemano los cloruros de ácido obtenidos de los ácidos carboxílicos. Pero en muchos casos puede renunciarse sin detrimento a la segregación de los cloruros de ácido y efectuarse la condensación a continuación inmediata de la síntesis de los cloruros de ácido carboxílico.
25. Según la modalidad de realización b) del procedimiento de este invento, se copula, en la proporción molar de 2:1,

322224



el compuesto diazoico de una amina de la fórmula (3) con una diacetoacetilarilendiamina de la fórmula (4), Se emplean preferentemente compuestos diazoicos de aminas de la fórmula

5.



10.

donde

15. A y R_1 tienen el significado expuesto antes.

La copulación se lleva a cabo preferentemente en medio ligeramente ácido, a ser posible en presencia de agentes usuales favorecedores de la copulación. En concepto de agentes favorecedores de la copulación cabe citar sobre todo los agentes dispersantes; por ejemplo, los sulfonatos de aralquilo, como el sulfonato de dodecilbenceno o el ácido 1,1'-dinaftilmetan-2,2'-disulfónico, o los productos de policondensación de óxidos de alquilenos. La dispersión de los componentes de copulación puede contener también con ventaja coloides protectores, por ejemplo metilcelulosa o cantidades más pequeñas de disolventes orgánicos inertes, insolubles o difícilmente solubles en agua, por ejemplo

20.

25.

322224



hidrocarburos aromáticos, eventualmente halogenados o nitrados, como el benceno, el tolueno, el xileno, el clorobenceno, los diclorobencenos o el nitrobenzono, lo mismo que hidrocarburos halogenados alifáticos, como, por ejemplo, el tetracloruro de carbono o el tricloroetileno, y asimismo disolventes orgánicos miscibles con el agua, como acetona, metiletilcetona, metanol, etanol o isopropanol.

La copulación puede realizarse también ventajosamente combinando continuamente una solución ácida de la sal de diazonio con una solución alcalina del componente de copulación, en una tobera mezcladora, con lo que se produce una copulación inmediata de los componentes. Hay que procurar que el componente diazoico y el componente de copulación estén en cantidades equimoleculares en la tobera mezcladora, y se ha demostrado que es ventajoso emplear un pequeño exceso de nafteno. Esto se logra de la manera más sencilla por medio del control de pH del líquido en la tobera mezcladora. También hay que procurar que en la tobera mezcladora se produzca una intensa turbulencia de las dos soluciones. La dispersión de colorantes originada se extrae continuamente de la tobera de mezcla y se separa por filtración el colorante.

Los nuevos colorantes constituyen valiosos pigmentos amarillos a anaranjados, 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 poliés-

322224

25



terres en la masa para hilar, así como para preparar barnices coloreados o formadores de barnices, soluciones y productos a base 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, cloruro de polivinilo, polietileno, polipropileno, poliacrilonitrilo, goma, caseína, sílicona y resinas de sílicona. Pueden además emplearse ventajosamente en la fabricación de lápices de colores, preparados cosméticos o placas laminadas.

Respecto a los colorantes más próximamente comparables, los de la patente alemana 1.150.165 (Case 3.782), los colorantes de este invento se distinguen por mejor solidez a la luz; y respecto a los colorantes monoazoicos análogos descritos en la patente belga 626,752, por mejor solidez a la luz y a la migración y mayor intensidad de colorido.

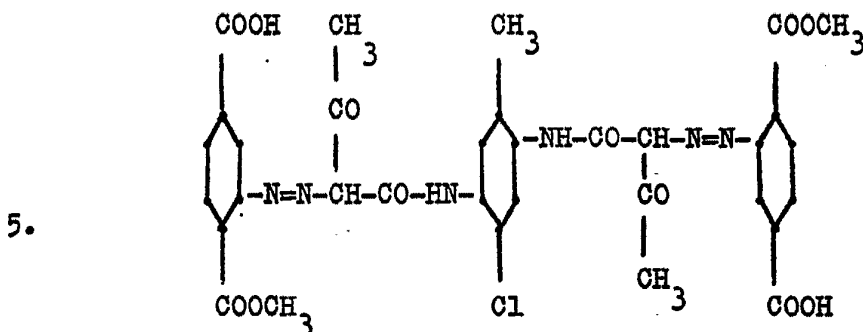
En los ejemplos que siguen, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

EJEMPLO 1.

73,3 partes del colorantes a base de 2 moles de éster 1-metílico de ácido 2-amino-tereftálico diazoado y 1 mol de 2-cloro-5-metil-1,4-bis-acetoacetilaminobenceno, de la fórmula



322224

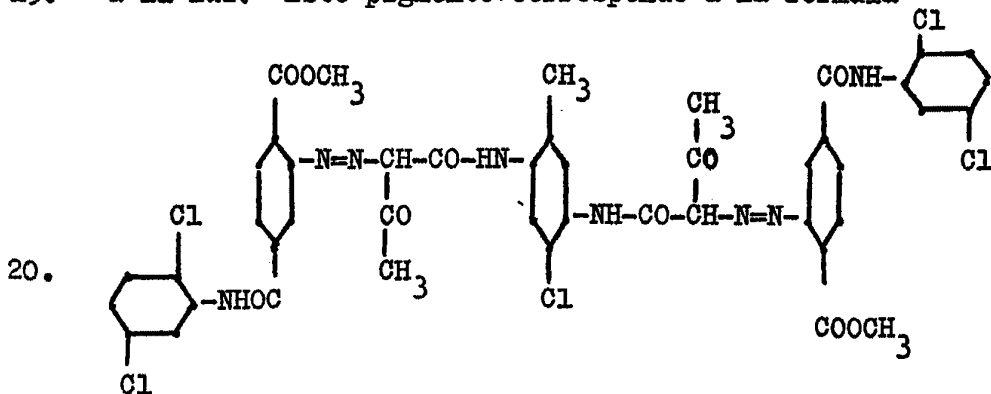


10. se agitan en 1.000 partes de o-diclorobenceno con 5 partes de dimetilformamida y se calienta la mezcla a 75-100°. A esta temperatura, se hacen afluir en 15 minutos 32,8 partes de cloruro de tionilo y se agita durante 2 horas todavía a la temperatura de 100 a 110°. El final de la reacción se reconoce en que cesa
15. el desprendimiento de ácido clorhídrico y en que una muestra examinada al microscopio manifiesta con uniformidad agujas amarillas. Se deja entonces enfriar hasta 40°, se filtra por succión y se lava con 600 partes de o-diclorobenceno frío y luego con 200 partes de benceno. Después de secar a 50° en vacío, se obtienen
20. 74 partes del cloruro de ácido colorante, en forma de polvo cristalino amarillo. Este es muy difícilmente soluble en los disolventes orgánicos. En nitrobenzono caliente, se le puede recrystalizar en pequeñas cantidades. A temperaturas superiores a 270°, se descompone sin fundirse.



322224

- 7,74 partes del cloruro de ácido obtenido antes se agitan en 150 partes de o-diclorobenceno con 0,2 partes de cloruro de tionilo y se calienta el conjunto a temperatura de 90 a 95°. Luego se añade una solución de 3,3 partes de 2,5-dicloro-anilina en 50 partes de o-diclorobenceno y se calienta durante 12 horas a temperatura de 140 a 145°. A continuación se filtra en caliente, por succión, el pigmento formado y se le lava con o-diclorobenceno caliente, hasta que el filtrado sale incoloro. Luego se expulsa con metanol frío el diclorobenceno y por último se lava a fondo con agua caliente. Después de secar a temperatura de 25 a 100°, se obtiene un polvo blando suelto, que es prácticamente insoluble en los disolventes usuales y que, incorporado por laminación al cloruro de polivinilo, da matices amarilloverdosos vivos, de excelente solidez a la migración y a la luz. Este pigmento corresponde a la fórmula



25. En la tabla que sigue se describen otros colorantes disazoicos que se obtienen si, por el procedimiento que se ha descrito en el primer párrafo, se copulan 2 moles del compuesto

322224²⁵



diazoico del ácido aminocarboxílico citado en la columna I por 1 mol del compuesto bisacetoacetílico de la diamina mencionada en la columna II, se transforma en cloruro de ácido el ácido dicarboxílico de colorante diazoico obtenido y se le condensa con 2 moles de la amina indicada en la columna III. La columna IV indica el matiz de una hoja de cloruro de polivinilo teñida con el pigmento obtenido.

	I	II	III	IV	
10.	Base diazoica	Compuesto bisacetoacetílico de la diamina	Base de condensación	Matiz con el 0,2% en cloruro de polivinilo	
15.	1	éster metílico de ácido 2-amino-4-carboxibenzoico	para-fenilendiamina	anilina	amarillo verdoso
	2	"	2-cloro-p-fenilendiamina	2-metil-anilina	"
	3	"	"	2-metil-5-cloroanilina	"
	4	"	"	2,5-dicloroanilina	"
20.	5	"	"	3-trifluorometilanilina	amarillo muy verdoso
	6	"	"	2-cloro-5-trifluorometilanilina	"
	7	"	2,5-dicloro-p-fenilendiamina	2-metil-anilina	amarillo verdoso
25.	8	"	"	2-metil-3-cloroanilina	"
	9	"	"	2-metil-5-cloroanilina	"

322224

25

EN



	I	II	III	IV	
	Base diazoica	Compuesto bisaceto- acetílico de la dia- mina	Base de conden- sación	Matiz con el 0,2% en clo- ruro de poli- vinilo	
5.	10	éster metílico de ácido 2-ami- no-4-carboxi- benzoico	2,5-dicloro-p-fe- nilendiamina	3-trifluoro- metilanilina	amarillo verdoso
	11	"	"	2-cloro-5-tri- fluorometila- nilina	"
10.	12	"	2-metil-5-cloro- p-fenilendiamina	2,4,5-tricloro- anilina	"
	13	"	"	anilina	amarillo
	14	"	"	2-metilani- lina	"
	15	"	"	2-metoxiani- lina	amarillo rojizo
15.	16	"	"	2,5-dimetoxi- -4-cloroanilina	amarillo
	17	"	"	2-metil-3-clo- roanilina	amarillo verdoso
	18	"	"	2-metil-5-clo- roanilina	amarillo neutro
20.	19	"	"	2-cloro-5-tri- fluorometila- nilina	"
	20	"	2,5-dimetil-p- fenilendiamina	2,4-dicloro-5- trifluorometi- lanilina	"
	21	"	2,5-dimetil-p- fenilendiamina	2-cloro-5-tri- fluorometilani- lina	amarillo verdoso
25.	22	"	"	2,5-dimetilani- lina	amarillo neutro

322224 25 E



	I	II	III	IV
23	éster metílico de ácido 2-amino-4-carboxílico	2,5-dimetil-p-fenilendiamina	2-metil-5-cloroanilina	amarillo neutro
5.	24	"	éster metílico del ácido 4-aminobenzoico	amarillo verdoso
	25	"	éster metílico del ácido 2-amino-4-clorobenzoico	"
10.	26	"	éster metílico del ácido 3-amino-4-metoxibenzoico	"
	27	"	éster metílico del ácido 2-aminobenzoico	"
	28	2-metoxi-5-metil-p-fenilendiamina	anilina	amarillo rojizo
15.	29	"	2-metil-5-cloroanilina	"
	30	"	2-cloro-5-trifluorometilanilina	amarillo neutro
	31	4,4'-diaminodifenilo	2-metilanilina	"
20.	32	4,4'-diamino-3,3'-dimetildifenilo	2,5-dicloroanilina	amarillo verdoso
	33	"	2-cloro-5-trifluorometilanilina	"
	34	"	3-trifluorometilanilina	"
25.	35	4,4'-diamino-3,3'-diclorodifenilo	anilina	amarillo neutro
	36	"	2-metilanilina	"
	37	"	2-metoxianilina	"

322224

25



	I	II	III	IV	
5.	38	éster metílico de ácido 2-amino-4-carboxílico	1,5-diaminonaf-talina	2-cloro-4-me-tilanilina	amarillo rojizo
	39	"	"	2-cloro-5-tri-fluorometilanilina	amarillo neutro
	40	éster etílico del ácido 2-amino-4-carboxibenzoico	2-cloro-p-fe-nilendiamina	2-metil-5-clo-ro-anilina	amarillo verdoso
10.	41	"	"	2-metil-3-clo-ro-anilina	"
	42	"	"	2-cloro-5-trifluo-rometilanilina	"
	43	"	2-trifluorome-til-p-fenilen-diamina	anilina	"
15.	44	"	"	2-metilanilina	"
	45	"	"	2-metil-5-clo-ro-anilina	"
	46	"	"	2-metil-3-clo-ro-anilina	"
20.	47	éster butílico del ácido 2-amino-4-carboxibenzoico	2,5-dicloro-1,4-fenilen-diamina	anilina	"
	48	éster isopropí-lico del ácido 2-amino-4-carboxibenzoico	2-cloro-1,4-fenilendiamina	3-trifluorome-tilanilina	"
25.	49	éster metílico del ácido 2-amino-4-carboxibenzoico	2-metil-1,4-fe-nilendiamina	2-metilanilina	amarillo neutro

322224

25



	I	II	III	IV	
50	éster metílico del ácido 2-amino-4-carboxibenzoico	2-etil-1,4-fenilendiamina	2,4,5-tricloroanilina	amarillo verdoso	
5.	51	"	3-trifluorometil-1,4-fenilendiamina	anilina	"
	52	"	4,6-dicloro-1,3-fenilendiamina	"	"
10.	53	"	2,5-dimetoxi-1,4-fenilendiamina	2-metil-anilina	amarillo rojizo
	54	"	2,5-dietoxi-1,4-fenilendiamina	2-cloro-5-metil-anilina	"

EJEMPLO 2.

15.

27,0 partes de 4-anilida de éster l-metílico de ácido 2-amino-tereftálico se agitan en 150 partes de ácido acético glacial con 25 partes de ácido clorhídrico al 30% y se enfrían hasta 0° por adición de 150 partes de hielo. Luego se diazoan, a temperatura de 0 a 2°, mediante adición de 25 partes de solución 4-n de nitrito sódico, se agita durante 15 minutos a temperatura de 0 a 2° y se filtra la solución para separar las pequeñas impurezas. Se ajusta el filtrado a un volumen de 600 partes y una temperatura de 0°, se destruye con ácido sulfamínico el exceso de ácido nítrico y luego se neutraliza hasta pH 4 por adición de unas 30 partes de acetato sódico cristalizado.

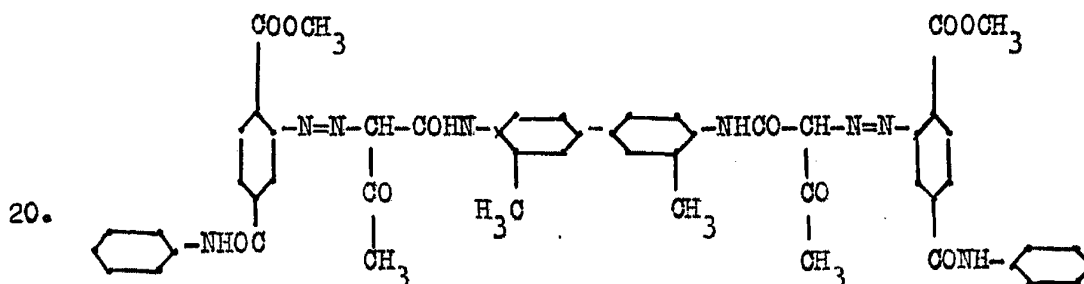
20.

25.

322224



- Al mismo tiempo se disuelven en 500 partes de agua 19 partes de 3,3'-dimetil-4,4'-bis-acetoacetilamino-difenilo con 25 partes de lejía de sosa cáustica al 30%, se filtra para separar las pequeñas cantidades de impurezas y, después de añadir
5. 0,2 partes del producto de la acción de 8 moles de óxido de etileno por 1 mol de p-terciocetilfenol, se instila esta solución, agitando bien, en la solución diazoica. Al final de la instilación, la temperatura de la mezcla reaccional ha subido a 20° y el compuesto diazoico ha desaparecido. Se calienta entonces, en el curso de 1 hora, hasta temperatura de 65 a 80°, se agita durante 1 hora a esta temperatura, se filtra en caliente y se lava a fondo con agua caliente. Después de secar en vacío a temperatura de 95 a 100°, se obtienen 46 partes del colorante de esta constitución
- 15.



25. El pigmento obtenido después del secado se agita con ventaja en xileno u o-diclorobenceno, durante 1 a 2 horas y a temperatura de 100 a 130°, con lo cual adopta una forma cristalina uniforme. Después de filtrar y de lavar con xileno caliente o respectivamente diclorobenceno y metanol, se obtiene, tras el secado, un pigmento blando suelto, que tinte las hojas de cloruro

322224



de polivinilo, al ser incorporado por laminación, en matices amarilloverdosos intensos. Las tinturas son sólidas a la migración y a la luz.

5. EJEMPLO 3.

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 ejemplo 1 y luego se lamina el conjunto a 140° en una calandria de dos rodillos durante

10. 7 minutos. Se obtiene una hoja de color amarillo verdoso, con muy buena solidez a la luz y a la migración.

= . =



322224

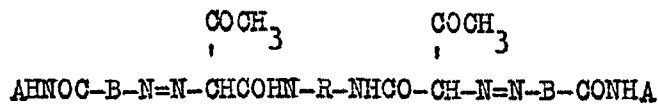
REIVINDICACIONES

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de las demandas de patentes suizas N° 1068/65 del 26 de enero de 1965 y N° 15636/65 del 12 de noviembre de 1965, existiendo en ambas unidad de invención.

5.

1. Procedimiento para la síntesis de pigmentos colorantes disazoicos, de la fórmula

10.



15.

caracterizado por:

a) condensarse un dihaluro de un ácido dicarboxílico de la fórmula

20.



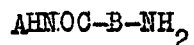
con un aminobenceno, en la proporción molar 1:2,

o bien



322224

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



5.

con una diacetoacetyl-arilendiamina de la fórmula

10.



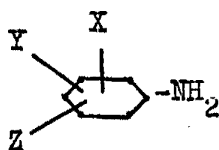
15.

en la proporción molar 2:1,
significandó en estas fórmulas: A, un radical bencénico;
B, un radical bencénico que presenta, en posición orto
respecto al grupo azoico, un grupo de éster de ácido
carboxílico; y R, un radical arilénico.

20.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado
por emplearse un aminobenceno de la fórmula

25.



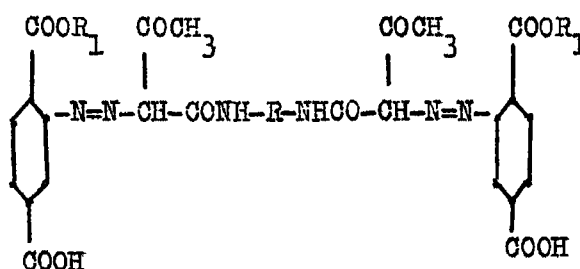
donde X, Y y Z significan átomos de hidrógeno o de halógeno o
grupos alquilo, alcoxi, fenoxi, trifluorometilo, carboalcoxi o
ciano.



322224

3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por partirse de los cloruros de los ácidos dicarboxílicos de la fórmula

5.



10.

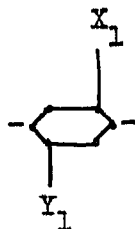
donde

15.

R significa un radical fenilénico o difenilénico y
R₁ significa un grupo alquílico.

4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por partirse de ácidos dicarboxílicos de la fórmula indicada, en los que R significa un radical de la fórmula

20.



25.

donde

X₁ significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo alquilo o alcoxi e



322224

Y_1 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo alquilo, alcoxi o trifluorometilo.

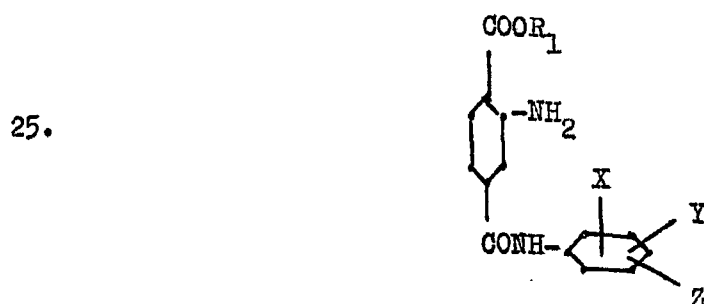
5. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por partirse de ácidos dicarboxílicos de la fórmula indicada en los que R significa un radical de la fórmula



donde

15. Y_2 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo alquílico o alcoxi.

20. 6. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por partirse del compuesto diazoico de una amina de la fórmula



donde R_1 , X, Y y Z tienen el significado expuesto antes.



322224

7. Procedimiento para la síntesis de pigmentos colorantes disazoicos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 25 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, acompañadas de la documentación reglamentaria.

Madrid, a 25 de enero de 1966.

p. a.

JAIME ISERN

D. P.

Firmado: LUIS REY PADILLA