

332970



PATENTE DE INVENCION

Le A 9736-Sp

# Memoria Descriptiva

sobre

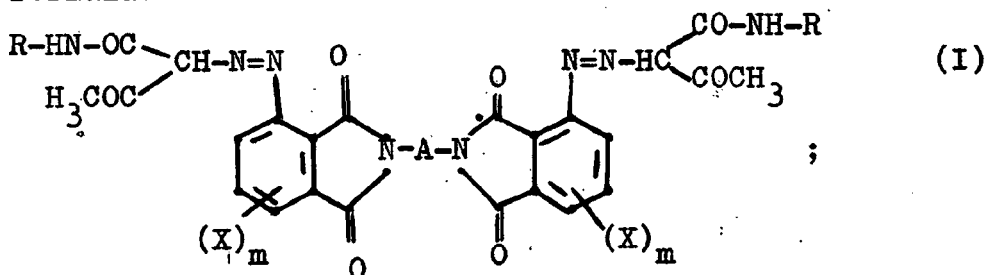
" Procedimiento para la obtención de colorantes azoicos".

.....

*Solicitante:* FARBENFABRIKEN BAYER AG., entidad alemana, residente en: Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

.....

El objeto de la presente invención son nuevos y valiosos colorantes azoicos exentos de radicales sulfónicos, de fórmula:



En la que R significa un resto aromático ó heterocí



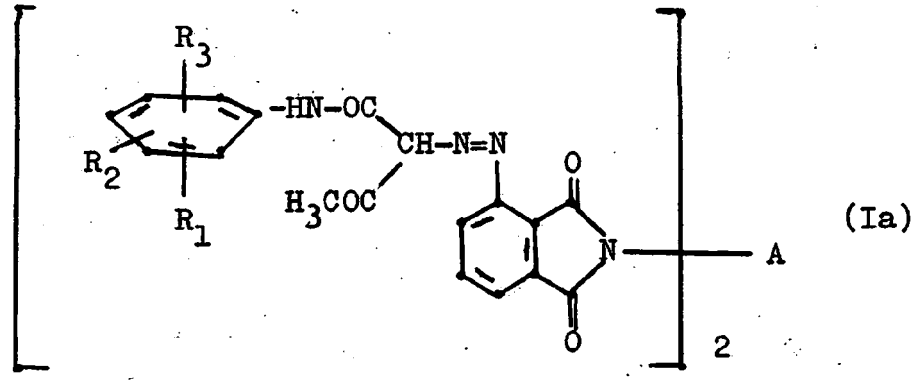
5. clico, en caso dado sustituidos, iguales o distintos, los restos X significa sustituyentes iguales o distintos, m significa números enteros de 0 hasta 3, y A significa un resto alifático, aralifático, aromático o heterocíclico; los colorantes están, según la definición, libres de grupos sulfónicos.

10. Los restos R pueden ser mono- ó polinucleares; se dá preferencia a los restos de la serie bencénica y naftalínica. Aquí son de mencionar por ejemplo los restos: fenil-, 2- ó 3- ó 4-metilfenil-1; 2- ó 3- ó 4-clorofenil-1; 2- ó 3- ó 4-metoxifenil-1; 2-metil-4-clorofenil-1; 2,4-dimetil-fenil-1; 3-nitrofenil-1 y 2,5-dimetosi-4-clorofenil-1.

15. Sustituyentes X adecuados son por ejemplo : los sustituyentes de alquilo inferior, tales como metilo, cloro, nitro, alcoxi inferior, tal como  $-OCH_3$  ó  $-OC_2H_5$ , fluor, metil-sulfonilo, trifluormetilo y carboetoxi.

20. Como restos A son de mencionar por ejemplo: 1,4-fenileno-, 4,4'-difenileno-, 2,2'-dicloro-4,4'-difenileno-, 3,3'-dicloro-4,4'-difenileno-, 3,3'-dimetil-4,4'-difenileno-, 3,3'-dimetoxi, 4,4'-difenileno- y 1,2-etileno.

Un grupo de colorantes preferente dentro del margen de los productos de fórmula general (I) corresponde a la composición.



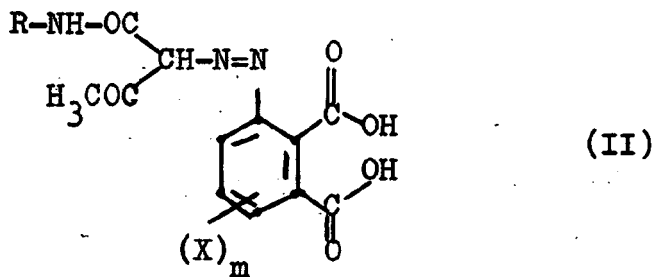


en la cual  $R_1$  significa hidrógeno, metilo, cloro, nitro ó metoxi,  $R_2$  hidrógeno, metilo, cloro ó nitro y  $R_3$  hidrógeno ó cloro y A significa un resto alifático, aralifático, aromático o heterocíclico; los colorantes están libres de radicales ácido sulfónico.

5.

Los nuevos colorantes azoicos se obtienen si los compuestos azoicos de fórmula,

10.



en la cual R, X y m tienen los significados indicados, ó los derivados funcionales de estos ácidos azo-dicarboxílicos, especialmente los mono- y diésteres, las mono- y diámidas, las dicarboxiimidias ó los anhídridos, se hacen reaccionar con diaminas de fórmula general,

15.

20.



en la cual A tiene el significado antes indicado, en una proporción molar del componente (II) con relación al componente (III) de aproximadamente 2:1 en presencia de medios de condensación ácidos y aquí se seleccionan los componentes de manera que los colorantes finales estén libres de radicales ácido sulfónico.

25.

30.

La reacción de los componentes de partida se efectúa preferentemente en disolventes orgánicos de elevado punto de ebullición o en mezcla de estos disolventes, pudiendo también los mismos componentes actuar como disolvente:



orgánicos. La condensación se efectúa a temperatura más elevada, por lo general en la zona comprendida entre 80-240°C, preferentemente entre 130°C y 180°C.

- Los compuestos monoazoicos de fórmula general (II) se obtienen en la forma usual mediante diazotización de los ácido 3-amino-ftálicos, en caso dado sustituidos o sus derivados funcionales, y copulación con acetoacétamidas adecuadas, seleccionándose los componentes libres de radicales ácido sulfónico. Para la obtención de los compuestos azoicos (II) entran como componentes diazoicos por ejemplo en consideración: el ácido 3-amino-ftálico, el mono- y diéster del ácido 3-amino-ftálico, tales como el 3-amino-ftalato de monometilo-(I) ó el 3-aminoftalato de dimetilo, la 3-amino-ftalimida, el ácido 3-amino-6-metil-ftálico, el ácido 3-amino-5-nitro-ftálico, el ácido 3-amino-6-nitro-ftálico, el ácido 3-amino-6-metoxi-ftálico, el ácido 3-amino-6-cloro-ftálico, el ácido 3-amino-4-metoxi-ftálico, el ácido 3-amino-6-bromo-ftálico, el ácido 3-amino-6-fluor-ftálico, el ácido 3-amino-5,6-dimetoxi-ftálico, el ácido 3-amino-4,5,6-trimetoxi-ftálico, el ácido 3-amino-5,6-metilendióxido-naftálico, el ácido 3-amino-5-ciano-ftálico, el ácido 3-amino-6-ciano-ftálico, el ácido 3-amino-metoxi-6-etoxi-ftálico, el ácido 3-amino-6-metilsulfonil-ftálico, el ácido 3-amino-4-metil-ftálico, el ácido 3-amino-5-carboetoxi-ftálico, el ácido 3-amino-6-carboetoxi-ftálico.

- Como componentes de copulación para la síntesis de los compuestos monoazoicos (II) entran por ejemplo en consideración: la acetilacetanilida, la acetilaceta-2-cloro-anilida, la acetilaceta-2,4-dimetil-anilida, la acetilaceta-2-metil-anilida, la acetilaceta-2,5-dimetoxi-4-cloro-anilida, la acetilaceta-2-metoxi-anilida, la acetilaceto-



5. naftil-(1)-amida, la acetilaceto-2-metil-3-cloro-anilida, la acetilaceto-4-metil-anilida, la acetilaceto-2-metil-4-cloro-anilida, la acetilaceto-2,5-dicloro-anilida, la acetilaceto-2,4-dicloro-anilida, la acetilaceto-2-nitro-4-cloro-anilida, la acetilaceto-2-nitro-4-metil-anilida, la acetilaceto-2-nitroanilida, la acetilaceto-2-nitro-4-metoxi-anilida, la acetilaceto-2-metoxi-4-nitro-anilida, la acetilaceto-2-cloro-4-nitro-anilida, la acetilaceto-2,4-dinitro-anilida, la acetilaceto-4-nitro-anilida,
10. acetilaceto-naftil-(2)-amida, la acetilaceto-2,4,5-tricloro-anilida, la acetilaceto-2-metil-5-nitro-anilida, la acetilaceta-2-metoxi-5-nitro-anilida, la acetilaceta-3-nitro-anilida, la acetilaceta-pentacloro-anilida, la acetilaceta-2-metil-4-nitro-anilida, la acetilaceta-2-metil-5-nitro-anilida,
15. la acetilaceta-2-metil-5-cloro-anilida, la acetilaceta-3-cloro-anilida, la acetilaceta-4-etoxi-anilida, la acetilaceta-2,4-dimetil-5-cloro-anilida, la acetilaceta-2-(6-etoxi-benzotiazolil)-amida, la acetilaceta-2-(benzotiazolil-amida).

20. De los ácidos ftálicos sustituidos mencionados se pueden emplear también los correspondientes mono- y diésteres alquílicos, arílicos y aralquílicos, los anhídridos ó las imidas. Los ésteres tienen la ventaja de que se disuelven bien en un disolvente orgánico de alto punto de ebullición empleado en la condensación.
- 25.

30. Para la condensación según la presente invención de los compuestos monoazoicos (II) con las diaminas (III), que se efectúa en disolventes orgánicos de alto punto de ebullición, bajo adición de medios de condensación ácidos, se emplean por ejemplo las siguientes diaminas



alifáticas, aralifáticas, aromáticas y heterocíclicas:

- 1,2-etilendiamina; 4,4'-diamino-difenilo; 2,2'-dicloro-4,4'-diamino-difenilo; 3,3'-dicloro-4,4'-diamino-difenilo; 2-nitro-4,4'-diamino-difenilo; 3,3'-dimetoxi-4,4'-diamino-difenilo; 3,3'-dietoxi-4,4'-diamino-difenilo; 3-metil-4,4'-diamino-difenilo; 3,3'-dimetil-4,4'-diamino-difenilo; 3,3'-dimetil-4,4'-diamino-6,6'-dinitro-difenilo; 2,2'-dimetil-4,4'-diamino-difenilo; 2,2'-dicloro-4,4'-diamino-5,5'-dimetoxi-difenilo; 2,2', 5,5'-tetracloro-4,4'-diamino-difenilo; 3,3', 5,5'-tetracloro-4,4'-diamino-difenilo; 3,3', 5,5'-tetrametil-4,4'-diamino-difenilo; percloro-4,4'-diamino-difenilo; 1,4-diamino-benceno; 1,3-diamino-benceno; 2-cloro-1,4-diamino-benceno; 2,5-dicloro-1,4-diamino-benceno; 2,6-dicloro-1,4-diamino-benceno; 2-nitro-1,4-diaminobenceno; 2,5-dietoxi-1,4-diamino-benceno; 2-metil-5-metoxi-1,4-diamino-benceno; tetracloro-p-fenilendiamina; tetracloro-m-fenilendiamina; 4,4'-diamino-difeniléter; 4,4'-diamino-difenilsulfón; 3,3'-diamino-4,4'-dicloro-difenil-sulfon; 3,3'-diamino-4,4'-dimetoxi-difenil-sulfon; 4,4'-diamino-difenilcetona; 3,3'-diamino-difenilcetona; 3,3'-diamino-4,4'-dicloro-difenilcetona; 3,3'-diamino-4,4'-dimetoxi-difenilcetona; 4,4'-diamino-difenilmetano; 3,3'-diamino-difenilmetano; 4,4'-diamino-3,3', 5,5'-tetracloro-difenilmetano; 4,4'-diamino-estilbeno; 4,4'-diamino-benzanilida; 4,4'-diamino-difenil-etano(sim); 4,4'-diamino-azobenceno; 2,8-diamino-criseno; 1,4-diamino-naftalina; 1,5-diamino-naftalina; 2,6-diamino-naftalina; 2,7-diamino-naftalina; 2-(4'-amino-fenil)-5-amino-benzotiazol; 2,5-(4,4'-diamino-fenil)-oxdiazol; 4,4'-diamino-difenil-úrea; 3,3'-dimetoxi-4,4'-



5. diamino-estilbena; 2,6-diamino-benzotiazol; 2-(4'-amino-fenil)-6-amino-benzotiazol; 2,7-diamino-fluoreno; 2,7-diamino-difenileno; 2,7-diamino-difenilensulfón; 2,5-(4,4'-diamino-fenil)-tiadiazol; 2,5-(4,4'-diaminofenil)-triazol.

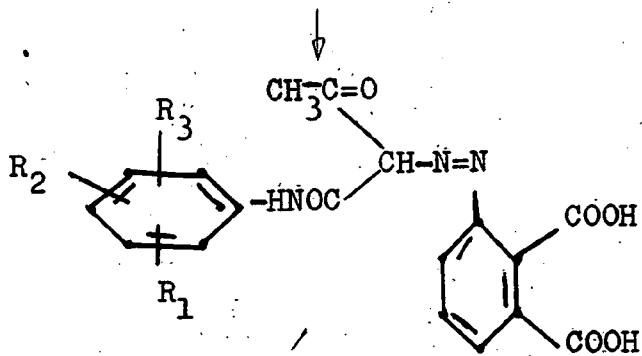
10. Para la condensación de los compuestos monoazoicos (II) con las diaminas (III) en disolventes orgánicos de alto punto de ebullición son de mencionar por ejemplo los siguientes disolventes con punto de ebullición superior a los 100°C; el ácido acético glacial, el tolueno, los xilenos, el clorobenceno, el o-, m- y p-diclorobenceno, el 1,2,3- 1,2,4- y 1,2,5-triclorobenceno, en nitrobenceno, la quinolina y las mezclas de éstos disolventes.

15. Como medios de condensación ácidos entran por ejemplo en consideración: el ácido propiónico, el ácido mono-, di- y tricloroacético, el ácido clorhídrico, el ácido sulfúrico, el ácido ortofosfórico, el cloruro de aluminio, el cloruro férrico, el cloruro de cinc y el acetato sódico anhidro.

20. La reacción de los compuestos dicarboxi-azoicos (II) o bien de sus derivados funcionales con los componentes diamínicos (III) se efectúa en una proporción de aproximadamente 2:1. Frecuentemente es deseable un ligero exceso en componentes (II) para hacer reaccionar totalmente el componente (III).

25. Según la selección de los componentes (II) se pueden sintetizar colorantes simétricos y asimétricos de fórmula (I). Para la obtención del grupo preferente de colorantes de fórmula (Ia) se condensa una diamina de fórmula (III) con un ácido azodicarboxílico de la composición,

30.



5.

en la cual los restos  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  tienen el significado arriba indicado, bajo las condiciones indicadas en una proporción de aproximadamente 1:2.

10.

Los productos obtenidos según el presente procedimiento son de difícil solubilidad hasta insolubles en agua. Representan valiosos colorantes de pigmento cuyas tonalidades se encuentran en la mayoría de los casos en la zona entre amarillo hasta amarillo rojizo. Los colorantes se obtienen en la mayoría de los casos en forma cristalina con buenos rendimientos.

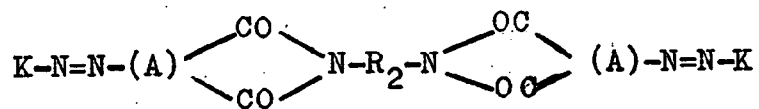
15.

Se destacan por buena solidez a los disolventes, a la luz y a la migración así como por buena estabilidad térmica y se emplean preferentemente para el teñido de material sintéticos, por ejemplo, cloruro <sup>de</sup> polivinilo ó polimerizados mixtos ó de tampón de acrílo-nitrilo-estírol-butadieno, lacas, papeles y para la obtención de colores de estampación y pastas de pigmentos.

20.

En la patente belga 652 251 ya se describen colorantes de pigmento de fórmula general,

25.



definiéndose K como resto de un componente de copulación.

30.



arbitrario, A como un sistema aromático o heterocíclico y R<sub>2</sub> como resto bivalente de alquilo, arilo, aralquilo ó hetero.

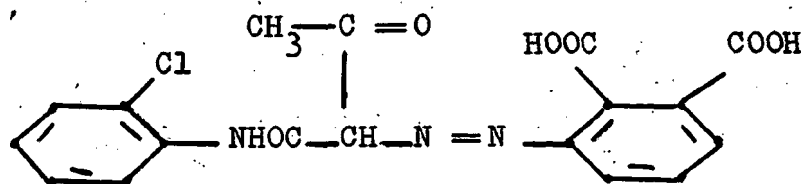
5. La patente, sin embargo, no contiene ni un solo ejemplo, para un colorante de la fórmula general allí indicada ni tampoco un ejemplo para tan sólo uno de los componentes K, A y R<sub>2</sub>. Por lo demás la patente contiene sólo pocos datos y éstos muy generales sobre los procedimientos para la obtención de los colorantes de pigmento.
- 10.

En los ejemplos siguientes significan las partes, partes en peso; las indicaciones de temperatura son grados centígrados.

EJEMPLO 1.-

15. 47,7 partes de ácido 3-amino-ftálico se suspenden en 500 partes de agua, se agregan 83 partes de ácido clorhídrico concentrado y a 0-5°C se diazotiza con una solución de 18,3 partes de nitrito sódico en 50 partes de agua. El nitrito en exceso se elimina con ácido amidosulfónico.
- 20.

25. La suspensión diazoica se vierte en porciones a 5-10°C en una solución de 56 partes acetilaceta-2-cloro-anilida en 250 partes de etanol, que se han mezclado además con una solución de 45 partes de sosa cáustica en 80 partes de agua. Terminada la copulación se acidifica la mezcla de reacción (pH 1-2), se aspira el colorante amarillo, se le lava con agua libre de ácido y en el armario secador se seca a 60-80°C. Se obtienen así 90 partes del ácido monoazo-o-dicarboxílico que, en forma de ácido libre,
30. corresponde a la fórmula;



5.

Para su transformación en el correspondiente anhídrido se suspende el ácido monoazo-o-dicarboxílico seco y pulverizado en 500 partes de clorobenceno, se agregan 50 partes de anhídrido acético y se calienta durante 3-4 horas a aproximadamente 120°C. El anhídrido obtenido en forma cristalina se aspira a temperatura ambiente, se lava con bencina ligera y a 80°C se seca en el armario secador. De 90 partes de ácido dicarboxílico se obtienen 68 partes de anhídrido. P.f. 275-7°C.

10.

15.

8,50 partes del anhídrido monoazo-o-dicarboxílico y 1,08 partes de fenilendiamina-1,4 se suspenden en 550 partes de o-diclorobenceno, se agregan 50 partes de ácido acético glacial y lentamente se calienta a 140°C.

20.

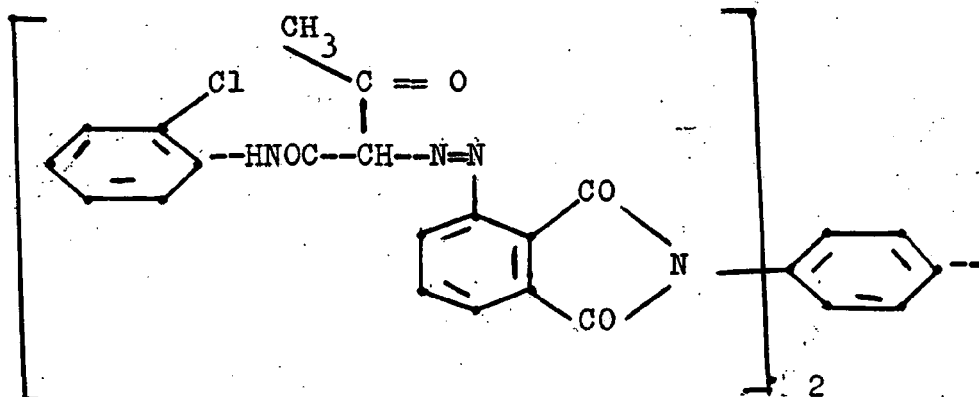
Al calentar se presenta primeramente una solución clara y después de aproximadamente una hora comienza la precipitación del pigmento de difícil solubilidad. Se calienta durante unas 25 horas, se enfría entonces a 40-60°C, el producto se aspira, se lava con 100 partes de clorobenceno caliente a 70-80°C y a continuación con bencina ligera y se seca a 80°C en el armario secador.

25.

El rendimiento asciende a 7,5 partes del pigmento amarillo tirando a verde de fórmula;



5.



10.

El pigmento así obtenido posee a 130°C y 170°C muy buena solidez al sobrecalentado. La solidez a la luz es asimismo muy buena.

EJEMPLO 2.

15.

38,3 partes de ácido 3-amino-ftálico se suspenden en 400 partes de agua, se agregan 72 partes de ácido clorhídrico concentrado y se diazota con una solución de 14,7 partes de nitrito sódico en 50 partes de agua a 0-5°C. El nitrito en exceso se elimina con ácido amidosulfónico.

20.

La suspensión diazoica obtenida se vierte en porciones a una solución de 48 partes de acetilaceta-2-metil-4-cloro-anilida, en 200 partes de etanol a las que se ha agregado una solución de 34 partes de sosa cáustica en 65 partes de agua, de manera que la temperatura se mantenga entre 5 y 10°C. Tan pronto como haya terminado la copulación se pone la mezcla mediante adición de ácido clorhídrico al 10% a un pH de 1-2, el colorante se aspira, se lava con agua libre de ácido y se seca a 80°C en el armario secador. El rendimiento asciende a 85 partes de ácido colorante-o-carboxílico.

25.



- El anhídrido del ácido dicarboxílico del colorante se obtiene calentando durante 3-4 horas en 500 partes de clorobenceno con 50 partes de anhídrido del ácido acético a 110-120°C. P.F. 315°C.
5. 9,0 partes del ácido colorante-o-dicarboxílico ó 8,5 partes del anhídrido se suspenden en 500 partes de o-diclorobenceno, se agregan 1,84 partes de 4,4'-diamino-difenilo y 50 partes de ácido acético glacial y se calienta a 140°. Se presenta así primeramente una solución total de los componentes de partida. Después de aproximadamente 30 minutos comienza la precipitación de un producto de difícil solubilidad. Se mantiene en total durante 25 horas a 140°, se enfría entonces a 60°, se aspira, se lava con 300 partes de clorobenceno caliente a 70-80° y después con bencina ligera y se seca a 80° en el armario secador.
- 10.
- 15.

Trabajando de esta manera se obtienen 8,7 partes de un colorante de pigmento amarillo tirando a verde de muy buena solidez a la luz y al sobrecalado.

### EJEMPLO 3.

20. 47,7 partes de ácido 3-amino-ftálico se suspenden en 500 partes de agua, se agregan 83 partes de ácido clorhídrico concentrado y a 0-5° se diazota con una solución de 18,3 partes de nitrito sódico en 50 partes de agua. El exceso en nitrito se elimina con ácido amidosulfónico.
- 25.

- A una suspensión de 51 partes de acetilacetato-2-metil-anilida en 250 partes de etanol se agrega una solución de 45 partes de sosa cáustica en 80 partes de agua, se enfría a 5-10° y la suspensión diazoica de arriba se introduce en porciones. Tan pronto como haya terminado
- 30.



copulación se acidifica con ácido clorhídrico (1:1) (pH 1-2), se aspira, se lava con agua libre de ácido y se seca en el armario secador a 80°.

5. El rendimiento en ácido monoazo-o-dicarboxílico asciende a 91 partes.

10. Calentando durante 3-4 horas con 500 partes de clorobenceno y 50 partes de anhídrido acético a 110-120°, enfriando a 10°, aspirando, lavando el residuo con bencina ligera y secando se obtienen 66 partes de anhídrido monoazo o-dicarboxílico, P.F. 273-276°.

15. 8,5 partes de ácido monoazo-o-dicarboxílico ó 8,0 partes del anhídrido se suspenden en 500 partes de o-diclorobenceno y 50 partes de ácido acético glacial, se agregan 0,6 partes de etilendiamina y después se calienta la mezcla durante 25 horas a 140°.

A continuación se enfría a 60°, el pigmento amarillo precipitado se aspira, se lava con 120 partes de clorobenceno caliente a 80°, y después ulteriormente con bencina ligera y se seca entonces en el armario secador a 80°.

20. Rendimiento: 6,9 partes de pigmento de muy buenas solideces.

25. Si se trabaja según el procedimiento indicado en estos ejemplos, pero en lugar de los componentes diazónicos, los componentes de copulación y las diaminas allí mencionadas se emplean los componentes diazoicos y de copulación y diaminas mencionadas en la tabla a continuación, empleándose los colorantes de ácido 3-amino-ftálico y los mencionados componentes de copulación en forma del ácido dicarboxílico libre ó como anhídridos, se obtienen asimismo valiosos colorantes de pigmento amarillos hasta marrones

30.



Diamina

Componente de copulación

Componente diazoico

Componente diazoico	Componente de copulación	Diamina
Acido 3-amino-ftálico	Acetilaceta-2-cloro-anilida	etilendiamina
"	"	4,4'-diamino-difenilo
"	"	1,3-diamino-benceno
5.	"	2,2'-dicloro-4,4'-diamino-difenilo
"	"	3,3'-dicloro-4,4'-diamino-difenilo
"	"	3,3'-dime tilo-4,4'-diamino-difenilo
"	"	3,3'-dime toxi-4,4'-diamino-difenilo
"	"	4,4'-diamino-benzofenona
10.	Acetilaceta-2-metil-anilida	1,4-diaminobenceno
"	"	3,3-diamino-benceno
"	"	4,4'-diamino-difenilo
"	"	2,2'-dicloro-4,4'-diamino-difenilo
"	"	3,3'-dicloro-4,4'-diamino-difenilo
15.	"	3,3'-dime tilo-4,4'-diamino-difenilo
"	"	3,3'-dime toxi-4,4'-diamino-difenilo
"	"	4,4'-diamino-benzofenona
"	"	4,4'-diamino-estilbena
"	"	3,3'-dime toxi-4,4'-diamino-estilbena
20.	"	2,7-diamino-difenilenoóxido
"	Acetilaceta-2-metil-4-cloro-anilida	etilendiamina
"	"	1,4-fenilendiamina
"	"	2,2'-dicloro-4,4'-diamino-difenilo
"	"	3,3'-dicloro-4,4'-diamino-difenilo
25.	"	3,3'-dime tilo-4,4'-diamino-difenilo
"	"	3,3'-dime toxi-4,4'-diamino-difenilo
"	"	2,7-diamino-fluoreno
"	"	2,7-diamino-difenileno-sulfón
"	"	2,5-(4,4'-diamino-fenil)-oxdiazol
30.	"	2,5-(4,4'-diamino-fenil)-tiadiazol





Componente diazoico	Componente de copulación	Diamina
Acido 3-amino-ftálico	Acetilaceta-naftil-(2)-amida	3,3'-dimetil-4,4'-diamino-difenilo
"	Acetilacetanilida	1,4-fenilendiamina
"	"	4,4'-diamino-difenilmetano
"	"	4,4'-diaminodifenilo
"	"	2,2'-dicloro-4,4'-diamino-difenilo
"	"	etilendiamina
"	Acetilaceta-2,5-dime toxi-4-cloro-anilida	4,4'-diamino-difenilo
"	"	3,3'-dimetil-4,4'-diamino-difenilo
"	"	3,3'-dicloro-4,4'-diamino-difenilo
"	"	2,2'-dicloro-4,4'-diamino-difenilo
"	"	4,4'-diamino-benzofenona
"	Acetilaceta-naftil-(1)-amida	etilendiamina
"	"	1,4-fenilendiamina
"	"	4,4'-diamino-difenilo
"	"	3,3'-dimetil-4,4'-diamino-difenilo
Acido 3-amino-4-cloro-ftálico	Acetilaceta-anilida	1,4-fenilendiamina
"	"	etilendiamina
"	Acetilaceta-2-metil-4-cloro-anilida	1,4-fenilendiamina
"	"	4,4'-diamino-difenilo
"	Acetilaceta-2,5-dime toxi-4-cloro-anilida	etilendiamina
"	"	1,4-fenilendiamina
"	"	4,4'-diamino-difenilo
"	Acetilacetanilida	etilendiamina
Acido 3-amino-4,5-di-cloro-ftálico	"	1,4-fenilendiamina
"	"	etilendiamina
"	Acetilaceta-2,5-dime toxi-4-cloro-anilida	1,4-fenilendiamina
"	"	4,4'-diamino-difenilo
"	"	etilendiamina
"	Acetilaceta-2,4-dime til-anilida	1,4-fenilendiamina



Componente diazoico	Componente de copulación	Diamina
Acido 3-amino-4,5-dicloro-ftálico	Acetilaceta-2,4-dimetil-anilida	4,4'-diamino-difenilo
"	"	etilendiamina
Acido 3-amino-6-metoxi-ftálico	Acetilacetanilida	1,4-fenilendiamina
"	"	etilendiamina
"	Acetilaceta-2,5-dimetoxi-4-cloro-anilida	1,4-fenilendiamina
"	"	4,4'-diamino-difenilmetano
"	"	etilendiamina
"	Acetilaceta-2-cloro-anilida	1,4-fenilendiamina
"	Acetilaceta-2-metil-anilida	"
"	Acetilaceta-2-metoxi-anilida	"
"	Acetilaceta-2-metil-4-cloro-anilida	"
"	Acetilaceta-2,4-dimetil-anilida	"

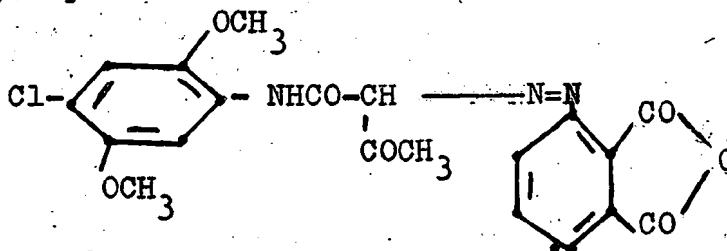
5.

10.



EJEMPLO 4.

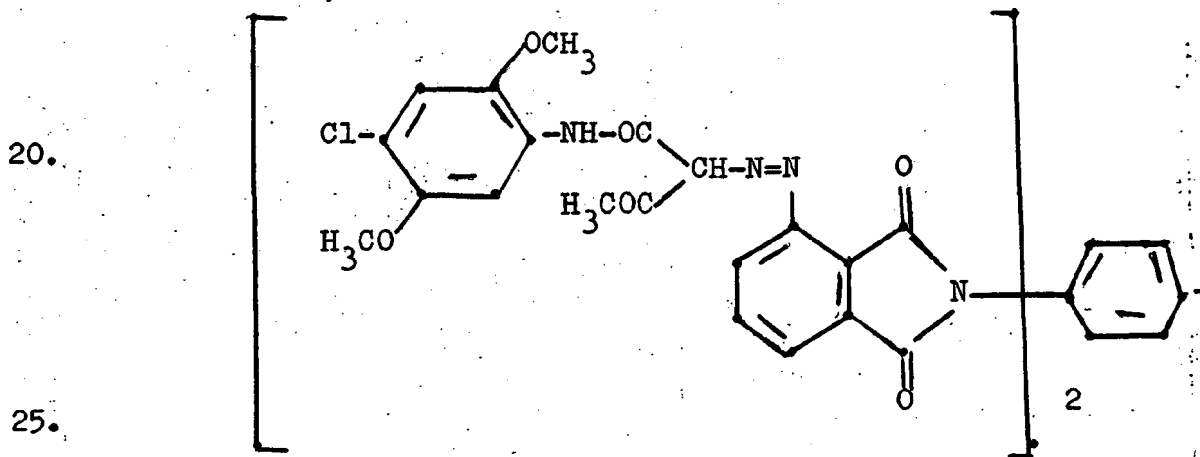
9,70 partes del colorante azoico



10. y 1,08 partes de 1,4-fenilendiamina se calientan en una mezcla de 250 partes de o-diclorobenceno y 25 partes de ácido acético glacial durante 5 horas a 130-135°.

Seguidamente se enfría a 60°C, se aspira el pigmento precipitado, se lava con o-diclorobenceno caliente a 60°C hasta que salga claro y se seca en vacío a 80°C hasta obtener un peso constante. El rendimiento asciende a 9,15

15. partes de colorante de pigmento amarillo de fuerte color de fórmula



30. El pigmento muestra una excelente solidez a la migración en cloruro polivinílico y estabilidad al calor más de 280°C. Es muy adecuado para el tejido de polimerizados mixtos y de tampón de nitrilo-butadieno-estirolo



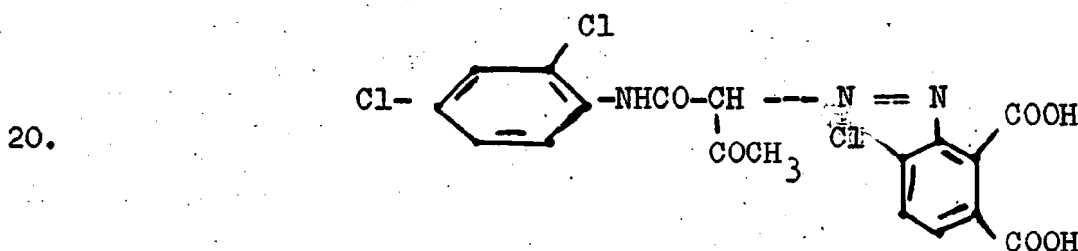
EJEMPLO 5.

5. 9,70 partes de anhídrido del ejemplo 4 y 0,60 partes de etilendiamina se calientan al reflujo durante 6 horas en una mezcla de 500 partes de clorobenceno y 50 partes de ácido acético glacial. El pigmento precipitado se aísla a 50-60°C, se lava con clorobenceno caliente hasta que salga claro y a 80°C se seca en vacío hasta obtener un peso constante. Se obtienen 7,80 partes de un colorante de pigmento de buena solidez a la luz y muy buena estabilidad al calor

10.

EJEMPLO 6

9,80 partes del colorante azoico

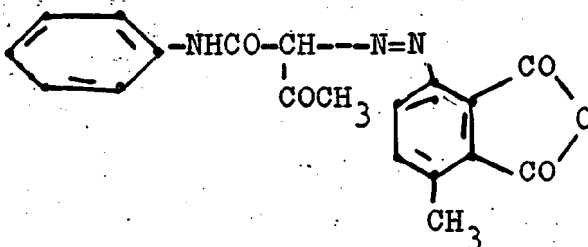


15. se calientan en una mezcla de 300 partes de o-diclorobenceno y 30 partes de ácido acético glacial durante 1 hora a 130°C. Después se agregan 2,27 partes de 4,4'-diaminobenzanilida y se mantiene durante otras 5 horas a 130°C. El pigmento precipitado después de enfriar a 60°C se aspira, se lava con o-diclorobenceno caliente a 60°C hasta que salga claro y se seca en vacío a 80°C hasta obtener peso constante. El rendimiento asciende a 10,1 partes de un colorante de pigmento amarillo de buenas solideces.

20.

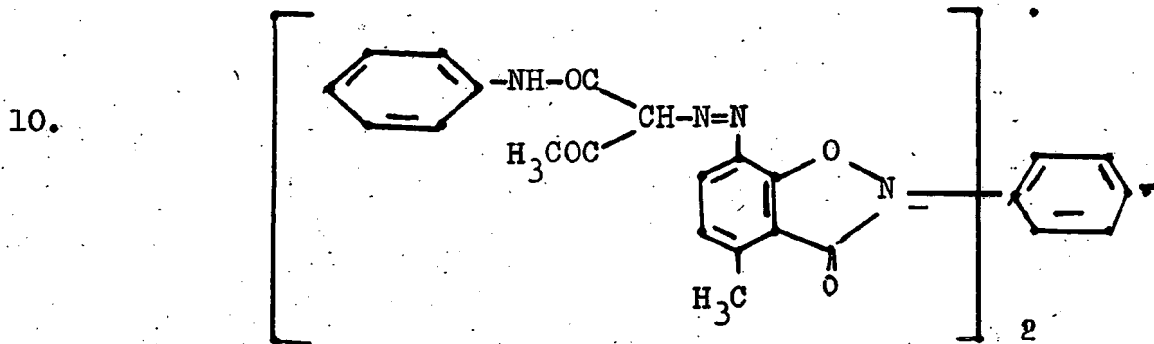
EJEMPLO 7

25. 8,00 partes del anhídrido





5. y 1,08 partes de 1,4-fenilendiamina se calientan en una mezcla de 200 partes de p-xileno y 20 partes de ácido acético glacial durante 10 horas a 120°C. El pigmento precipitado se aspira a 60°C, se lava con p-xileno caliente hasta que salga claro y a 60°C se seca en vacío hasta obtener un peso constante. Se obtienen 7,8 partes del colorante de pigmento de fórmula,



15. El pigmento se destaca por buena solidez a la luz y al sobrecalado.

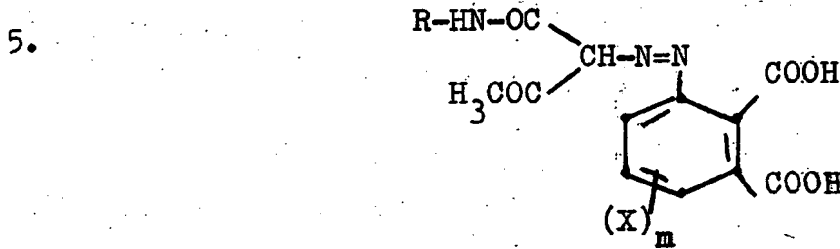
- N O T A -

20. Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania, con el numero

25. F 47 574 IV/22a de 2 de Noviembre de 1965, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por veinte años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES AZOICOS", caracterizándose por lo siguiente:



1.- Procedimiento para la obtención de colorantes azoicos, caracterizado porque los compuesto azoicos de fórmula,



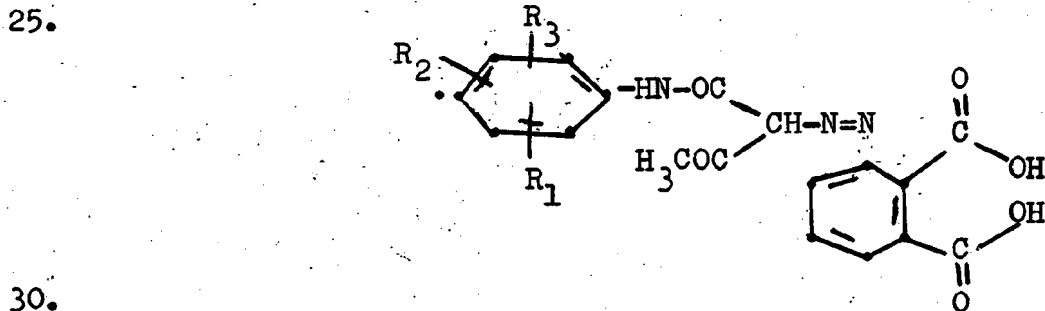
10. en la cual R significa un resto aromático ó heterocíclico, X un sustituyente y m un número entero de 0 hasta 3, ó derivados funcionales de estos ácidos dicarboxílicos se hacen reaccionar con compuestos diamínicos de fórmula,



en la cual A significa un resto alifático, aralifático, aromático ó heterocíclico, en proporción molar de aproximadamente 2:1 en presencia de medios de condensación ácidos y aquí los componentes se seleccionan de manera que los colorantes finales estén exentos de radicales sulfónicos.

20.

2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque como compuesto dicarboxi-azoico se emplea un compuesto de fórmula:





en la cual  $R_1$  significa hidrógeno, metilo, cloro, nitro ó metoxi,  $R_2$  hidrógeno, metilo, cloro ó nitro y  $R_3$  hidrógeno ó cloro, o derivados funcionales de este ácido dicarboxílico.

5. 3.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la condensación se efectúa en un disolvente orgánico de alto punto de ebullición, preferentemente que hierva por encima de los  $100^{\circ}\text{C}$ , preferentemente en mono-, di- ó triclorobencenos, xilenos, nitrobenzeno ó quinolína, a temperatura más elevada.
10. 4.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque la condensación se efectúa en presencia de ácido acético y/o ácido propiónico como medio de condensación.
15. 5.- "Procedimiento para la obtención de colorantes azoicos", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta Memoria consta de veintidos hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

2 NOV. 1966

FABRIKEN BAYER AG.

A GOMEZ ACEROS Y METALES  
p. p. Firmado: F. Hernández