



Case 5833/E

331592

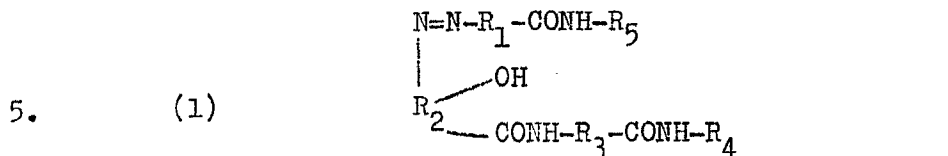
P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

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

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

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



donde

R₁ significa un radical bencénico en el que el

**POOR
QUALITY**



grupo -CONH se halla en posición meta respecto al grupo azoico;

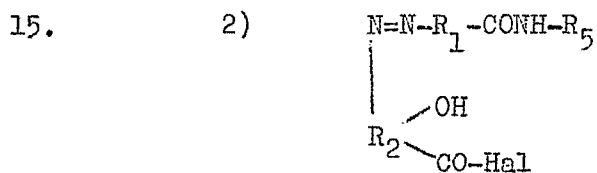
5. R_2 significa un radical naftalínico en el que los grupos azoico, hidroxílico y carbonamido se hallan en posición 1,2,3;

R_3 significa un radical fenilónico o difenilónico; y

R_4 y R_5 significan átomos de hidrógeno o bien radicales arílicos carentes de grupos benzoilamínicos,

10. si:

a) se condensa un haluro de ácido carboxílico de la fórmula

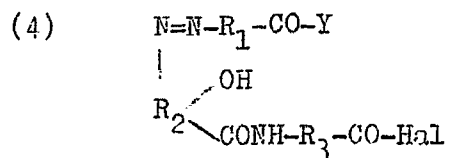


con una amina de la fórmula



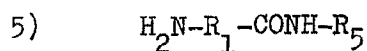
o bien

b) se condensa un haluro de ácido carboxílico de la fórmula

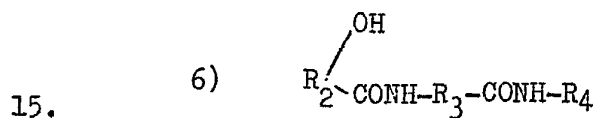


donde

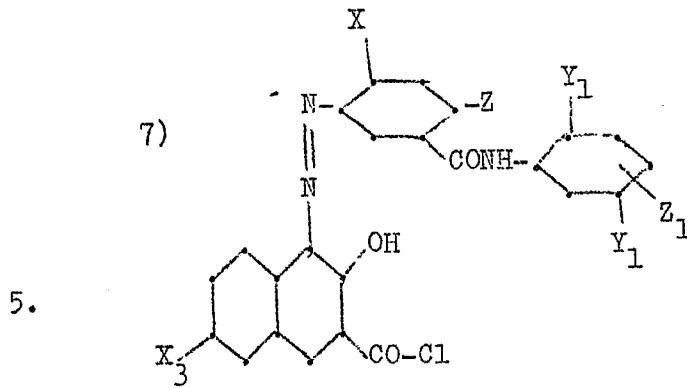
5. Y significa un átomo de halógeno o el radical
-NH-R₅,
con amoníaco o con una arilamina carente de grupos benzoil-
amínicos,
o bien
c) se copula el compuesto diazoico de una amina de la
10. fórmula



con un nafteno de la fórmula



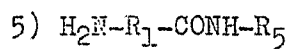
Se llega a colorantes particularmente valiosos
si se parte de un cloruro de ácido carboxílico de la fórmula



donde

10. X significa un átomo de halógeno o un grupo de alquilo, alcoxilo, fenoxilo o carboalcoxilo;
- Z significa un átomo de hidrógeno o de halógeno;
- X_1 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alquilo, alcoxilo, fenoxilo o carboalcoxilo;
15. Y_1 y Z_1 significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos de alquilo, alcoxilo o trifluorometilo;
- y
- X_3 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alcoxilo.

20. Los ácidos carboxílicos que constituyen la base de los haluros de la fórmula 2) se obtiene si se copulan los compuestos diazoicos de una amina de la fórmula





donde

R_1 y R_5 tienen el significado ya expuesto, con un ácido 2,3-hidroxinaftoico. Este último puede, eventualmente, estar substituido en el anillo bencénico exento del grupo de ácido carboxílico, por ejemplo por un átomo de halógeno, en particular un átomo de bromo en posición 6.

5.

Como ejemplos de amidas de ácido aminocarboxílico de la fórmula 5) cabe citar:

- la 2',5'-dicloroanilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico,
- 10. la 3'-cloroanilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico,
- la 2'-cloro-5'-trifluorometilánilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico,
- la 3'-trifluorometilánilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico,
- 15. la 3',5'-bis-trifluorometilánilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico,
- la 2',4',5'-tricloroanilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico,
- la 2,5-dicloroanilida de ácido 2,4-dicloro-3-aminobenzoico,
- 20. la 3'-trifluorometilánilida de ácido 2,4-dicloro-3-aminobenzoico,
- la 3'-cloroanilida de ácido 2,4-dicloro-3-aminobenzoico,
- la 3'-trifluorometilánilida de ácido 5-amino-4-metoxi-2-clorobenzoico,
- 25. la 2',5'-dicloroanilida de ácido 4-metil-3-aminobenzoico,



- la 3'-tridfluorometilanilida de ácido 4-metil-3-aminoben-
zoico,
- la 3'-cloroanilida de ácido 4-metoxi-3-aminobenzoico,
la 2',5'-dicloroanilida de ácido 4-metoxi-3-aminobenzoico,
5. la 2',4',5'-tricloroanilida de ácido 4-metoxi-3-aminoben-
zoico
la 3'-trifluorometilanilida de ácido 4-metoxi-3-aminoben-
zoico,
- la 3',5'-bis-trifluorometilanilida de ácido 4-metoxi-3-
aminobenzoico,
10. la 2'-cloro-5'-tridfluorometilanilida de ácido 4-metoxi-
3-aminobenzoico,
la 2',5'-dimetoxi-4'-cloroanilida de ácido 4-metoxi-3-
aminobenzoico,
15. la 2',5'-dimetil-4'-cloroanilida de ácido 4-metoxi-3-
aminobenzoico,
la alfa-naftilamida de ácido 4-metoxi-3-aminobenzoico,
la beta-naftilamida de ácido 4-metoxi-3-aminobenzoico,
la (5',8'-dicloro)-alfa-naftilamida de ácido 4-metoxi-
3-aminobenzoico.
20.

Los ácidos carboxílicos de colorante azoico
obtenidos se tratan con agentes capaces de transformar los
ácidos carboxílicos en sus haluros (por ejemplo, en los
cloruros o en los bromuros); así, en particular, con halu-
ros de fósforo (como el bromuro de fosforo o el tricloruro
25.



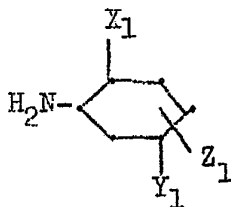
o pentacloruro de fósforo), con oxihaluros de fósforo y, preferentemente, con cloruro de tionilo.

5. El tratamiento con tales agentes halogenadores de ácido se realiza convenientemente en disolventes orgánicos indiferentes, como clorobencenos (por ejemplo, mono- o di-clorobenceno), tolueno, xileno o nitrobenceno.

10. En la preparación de los haluros de ácido carboxílico es conveniente, por lo general, que los ácidos azocarboxílicos preparados en medio acuoso se sequen previamente o, mediante ebullición en un disolvente orgánico, se liberen azeotrópicamente del agua. Este secado azeotrópico puede efectuarse, si se quiere, inmediatamente antes del tratamiento con los agentes halogenadores de ácido.

15. Los haluros de ácido carboxílico de colorante azoico obtenidos se condensan con monoaminas de la fórmula 3), las cuales pueden obtenerse por condensación de un haluro de un ácido para- o meta-nitrobenzoico (por ejemplo, del ácido 3- o 4-nitrobenzoico, del ácido 3-metil-4-nitrobenzoico, del ácido 4-metil-3-nitrobenzoico, del ácido 4-cloro-3-nitrobenzoico, del ácido 4-metoxi-3-nitrobenzoico o del ácido 4'-nitrodifenil-4-carboxílico) con amoníaco o con una arilamina, en especial una de la fórmula

25.





en la que

X_1 , Y_1 y Z_1 tienen el significado ya expuesto, y reducción de la arilida de ácido nitroarilcarboxílico obtenida a amina.

5. Como ejemplos cabe señalar las arilaminas siguientes:
- anilina,
 - 2-, 3- o 4-cloroanilina,
 - 2-cloro-4-metilanilina,
 - 10. 2-cloro-4-metoxianilina,
 - 2,4-dicloroanilina,
 - 2,5-dicloroanilina,
 - 2,5-dibromoanilina,
 - 2,4,5-tricloroanilina,
 - 15. 2-cloro-5-metilanilina,
 - 2-cloro-5-metoxianilina,
 - 2,4-dimetilanilina,
 - 2-metil-4-cloroanilina,
 - 2-metil-4-metoxianilina,
 - 20. 2-metil-5-cloroanilina,
 - 2-metil-5-metoxianilina,
 - 2-metoxi-4-cloroanilina,
 - 2-metoxi-4-metilanilina,
 - 2-metoxi-5-cloroanilina,
 - 25. 2-metoxi-5-metilanilina,



- 2-metoxi-4-cloro-5-metilanilina,
- 3-trifluorometilanilina,
- 2-cloro-5-trifluorometilanilina,
- 2,4-dicloro-5-trifluorometilanilina,
- 5. 4-cloro-2-trifluorometilanilina,
- 2-metoxi-5-trifluorometilanilina,
- 2-fenoxi-5-trifluorometilanilina,
- 2,5-bis-trifluorometilanilina,
- éster metílico del ácido 3-aminobenzoico,
- 10. éster metílico del ácido 2-amino-5-clorobenzoico,
- éster metílico del ácido 4-amino-benzoico,
- 1- o 2-naftilamina y
- 5,8-dicloro-1-aminonaftalina.

15. Siguiendo la modalidad de realización c) del procedimiento de este invento se llega a nuevos colorantes si se copula el compuesto diazoico de un aminobenceno de la fórmula 5) con un nafteno de la fórmula 6).

20. El componente de copulación de la fórmula 6) se obtiene por condensación de un haluro de ácido 2,3-hidroxinaftoico con una amina de la fórmula 3).

25. La copulación se produce por adición gradual de la solución acuosoalcalina del componente de copulación a la solución ácida de la sal diazónica. La cantidad de hidróxido alcalino que se ha de emplear para la solución del componente de copulación se mide, de conveniencia, de



modo que baste para la neutralización del ácido mineral que se desprende de la sal diazónica en la copulación. Esta se realiza adecuadamente con un pH de 4 a 6. El pH se ajusta ventajosamente mediante la adición de un amortiguador o tampón. En calidad de tampón entran en cuenta, por ejemplo, las sales (en particular, sales alcalinas) del ácido fórmico, del ácido fosfórico o, sobre todo, del ácido acético. Es conveniente que la solución alcalina del componente de copulación contenga un humectante, dispersante

5. o emulgente; por ejemplo, un sulfonato de aralquilo, como el sulfonato de dodecibenceno o la sal sódica del ácido 1,1-naftilmetansulfónico, productos de policondensación de óxidos de alquileo, como el producto de la actuación del óxido de estileno sobre el p-terciocetilfenol, y asimismo

10. ésteres alquílicos de oleatos de sulforricina, por ejemplo el oleato de n-butilsulforricina. La dispersión del componente de copulación puede contener también ventajosamente coloides protectores, por ejemplo metilcelulosa, o pequeñas cantidades de disolventes orgánicos inertes, insolubles

15. o difícilmente solubles en agua, por ejemplo hidrocarburos aromáticos (eventualmente halogenados o nitrados) como el benceno, el tolueno, el xileno, el clorobenceno, los diclorobencenos o el nitrobenceno, lo mismo que hidrocarburos halogenados alifáticos, como por ejemplo el tetracloruro

20. de carbono o el tricloroetileno, y además disolventes or-

25.



gánicos miscibles con el agua, como acetona, metilacetona, metanol, etanol o isopropanol.

- La copulación puede efectuarse también ventajosamente combinando continuamente una solución ácida de
5. la sal diazónica con una solución alcalina del componente de copulación, en una tobera mezcladora, lo que produce la copulación inmediata de los componentes. Hay que cuidar de que el componente diazoico y el componente de copulación se hallen en la tobera mezcladora en cantidades equimoleculares, aunque un pequeño exceso del componente de copulación aparece ventajoso. Esto se logra de la manera más sencilla regulando el pH del líquido en la tobera mezcladora. También hay que cuidar de que en la tobera mezcladora se produzca una intensa turbulencia de las dos soluciones.
 - 10.
 - 15.
- La dispersión de colorante que se origina se extrae continuamente de la tobera mezcladora, y el colorante se separa por filtración.

- Los nuevos colorantes constituyen valiosos pigmentos que pueden emplearse para las aplicaciones de
20. pigmentación más diversas; por ejemplo, en forma finamente dividida, para teñir seda artificial^y viscosa o éteres y ésteres de celulosa, o superpoliamidas y respectivamente superpoliuretanos o poliésteres, en la masa para hilar, y
 25. de barnices, soluciones o productos a base de acetilcelu-



losa, nitrocelulosa, resinas naturales o artificiales, como resinas de polimerización o resinas de condensación, por ejemplo aminoplastos, resinas alquídicas, fenoplastos, poliolfinas, como el poliestireno, el cloruro de polivinilo, el polietileno, el polipropileno, el poliacrilonitrilo; 5. goma, caseína, silicona y resinas de silicona, Se los puede además emplear ventajosamente en la preparación de lápices de colores, preparados cosméticos o placas laminadas.

10. 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

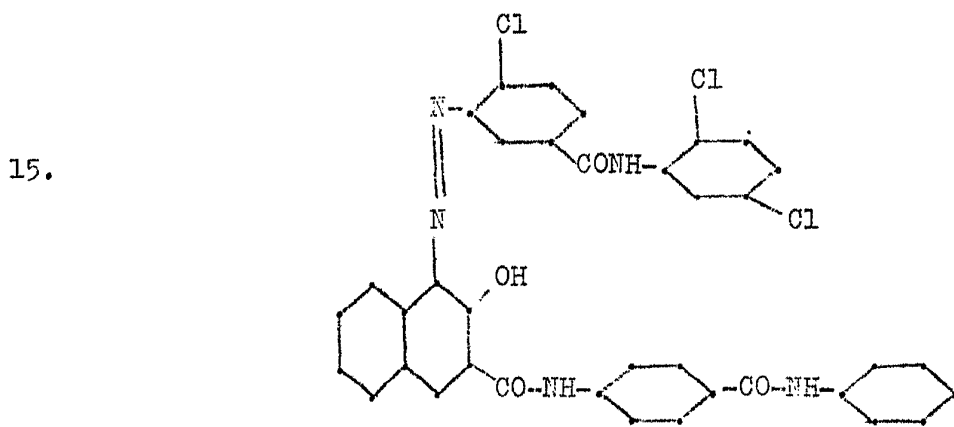
15. 30,9 g del colorante que se obtiene por copulacion con ácido 2,3-oxinaftoico de (2',5'-dicloro)-anilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico, diazonda en ácido clorhídrico acuoso con nitrito sódico, se calientan a temperatura de 120° a 125° en mezcla con 800 partes de o-diclorobenceno, 1,2 partes de dimetilformamida y 10 partes de 20. cloruro de tionilo, durante 2 horas y agitando. Después del enfriamiento de la mezcla reaccional, se aísla por filtración el cloruro monocarboxílico del colorante, precipitado en forma cristalina, se le lava con un poco de

5
27 JUL 1951

o-diclorobenceno frío y con benceno y se le seca en vacío a temperatura de 60 a 70°.

5. 5,35 partes de este cloruro se calientan a temperatura de 140 a 145° en mezcla con 2,3 partes de anilida de ácido 4-aminobenzoico en 180 partes de o-diclorobenceno, durante 12 horas. A continuación se separa por filtración en caliente el pigmento cristalino, difícilmente soluble, se le lava con o-diclorobenceno caliente, con metanol y con agua caliente y se le seca en vacío a temperatura de 70 a 80°.
- 10.

El colorante, de la fórmula



20. constituye un pigmento rojo, difícilmente soluble hasta insoluble en los disolventes usuales y que tinte las hojas



de cloruro de polivinilo con tonalidades de un rojo escarlata que tienen muy buena solidez a la luz y a la migración.

- De manera correspondiente a como se ha descrito en los párrafos primero y segundo, los ácidos monocarboxílicos de colorante azoico obtenibles a partir de los componentes diazoicos binucleares de la columna I de la tabla que sigue y los componentes de copulación de la columna II, pueden, pasando por los cloruros monocarboxílicos de colorante monocazoico, hacerse reaccionar con 1 mol de las monoaminas aromáticas binucleares indicadas en la columna III. La columna IV señala el matiz de las láminas de cloruro de polivinilo preparadas con los pigmentos.
- 5.
 - 10.



	I	II	III	IV
1	(2',5'-dicloro)-anilida de ácido 4-cloro-3-amino-benzoico	ácido 2,3-hidroxinaftoico	(4'-acetilamino)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	escarlata
5.	"	"	(2'-cloro-5'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	rojo
3	"	"	(2'-cloro-5'-carbometoxi)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	rojo anaranjado
10.	"	"	(2',4'-dicloro)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	anaranjado
5	"	"	(2',5'-dicloro)-anilina de ácido 4-aminobenzoico	"
15.	"	"	(2',4',5'-tricloro)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	"
7	"	"	(2'-metoxi-5'-cloro)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	rojo
20.	"	"	(4'-carbometoxi)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	escarlata
9	"	"	(2'-metil-5'-carbometoxi)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	rojo anaranjado



	I	II	III	IV
10	(2',5'-dicloro)-anilida de ácido 4-cloro-3-amino-benzoico	ácido 2,3-hidroxinaftoico	(4'-cloro)-anilida de ácido 4-amino-benzoico	rojo
5.	"	"	(3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	anaranjado
12	"	"	(4'-metoxi)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	rojo
13	"	"	(2'-cloro-5'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-amino-3-metilbenzoico	anaranjado
10.				
14	"	"	(2'-cloro-5'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-amino-2-clorobenzoico	escarlata
15	(2,4'-dicloro)-anilida de ácido 2,4-	"	(2'-metoxi-5'-cloro)-anilida de ácido 4-	rojo
15.	-dicloro-5-amino-benzoico		-aminobenzoico	
16	"	"	(2',4',5'-tricloro)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	escarlata
17	"	"	(2'-cloro-5'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	"
20.				
18	"	"	(2'-cloro-5'-carbometoxi)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	"



5.

10.

15.

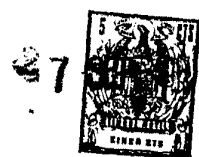
20.

25.

	I	II.	III	IV
19	(2',4'-dicloro)-anilida de ácido 2,4-dicloro-5-amino-benzoico	ácido 2,3-hidroxinaftoico	(2'-cloro-5'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-amino-3-metilbenzoico	escarlata
20	(2',5'-dicloro)-anilida de ácido 2,4-dicloro-5-aminobenzoico	"	(2'-cloro-5'-carbometoxi)-anilida de ácido 4-amino-benzoico	"
21	"	"	(2',4'-dicloro)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	"
22	"	"	(2',5'-dicloro)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	"
23	"	"	(2'-cloro-5'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-amino benzoico	"
24	"	"	(4'-cloro)-anilida de ácido 4-amino benzoico	rojo
25	"	"	(3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	"
26	(2',4',5'-tricloro)-anilida de ácido 2,4-dicloro-5-amino benzoico	"	(4'-metoxi)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	"
27	"	"	(2'-cloro-5'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	escarlata



	I	II	III	IV
	28 (2',4',5'-triclora) -anilida de ácido 2,4-dicloro-5-aminu benzoico	ácido 2,3-hi- droxinaftoico	anilida de ácido 4-aminobenzoico	escarlata
5.	29 "	"	(4'-cloro)-anilida de ácido 4-amino- benzoico	rojo
	30 "	"	(3'-trifluorometil) anilida de ácido 4-aminobenzoico	"
10.	31 (2'-cloro-5'-tri- fluorometil)-anilida de ácido 4-metil-3- -aminobenzoico	"	(4'-metoxi)-anilida de ácido 4-aminoben zoico	"
	32 "	"	anilida de ácido 4-aminobenzoico	"
15.	33 "	"	(4'-cloro)-anilida de ácido 4-amino- benzoico	"
	34 (2',5'-dicloro)-anilida de ácido 4-cloro-3- aminobenzoico	"	(2'-cloro-5'-trifluo rometil)-anilida de ácido 4-cloro-3-ami nobenzoico	anaran jado
20.	35 "	"	anilida de ácido-4- metoxi-3-aminoben- zoico	escarlata
	36 "	"	(2',5'-dicloro)-ani lida de ácido 3-ami nobenzoico	"
25.	37 "	"	anilida de ácido 2,4- dicloro-5-aminoben- zoico	"



	I	II	III	IV
	38 (2',5'-dicloro)-anilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico	ácido 2,3-hidroxinaftoico	(3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metoxi-3-aminobenzoico	rojo
5.	39 "	"	(3',5'-di-trifluorometil)-anilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico	escarlata
	40 "	"	(2',4',5'-tricloro)-anilida de ácido 2,4-dicloro-5-aminobenzoico	"
10.	41 2',4'-dicloroanilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico	"	amida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	"
	42 "	"	anilida de ácido 4-amino-difenil-4'-carboxílico	rojo amarillento
	43 "	"	2",5"-dicloroanilida de ácido 4-amino-difenil-4'-carboxílico	anaranjado
15.	44 "	"	2"-cloro-5"-trifluorometilanilida de ácido 4-amino-difenil-4'-carboxílico	"
	45 "	"	2"-metilanilida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	"
20.	46 "	"	2",4",5"-tricloroanilida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	escarlata



	I	II	III	IV
	47 2',4'-dicloroanilida de ácido 4-cloro-3-amino-benzoico	ácido 2,3-hidroxinaftoico	2"-naftilamida de ácido 4-amino-difenil-4'-carboxílico	escarlata
5.	48 2'-cloro-5'-trifluorometilanilida de ácido 4-cloro-3-amino-benzoico	"	2",5"-dimetilanilida de ácido 4-amino-difenil-4'-carboxílico	"
10.	49 2",5"-dicloroanilida de ácido 4-metil-3-aminobenzoico	"	2"-cloro-5"-trifluorometilanilida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	rojo amari llento
	50 2",4",5"-tricloroanilida de ácido 4-cloro-3-amino-benzoico	"	2"-metilanilida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	rojo
15.	51 "	"	2",5"-dimetilanilida de ácido 4-amino-difenil-4'-carboxílico	escarlata
	52 "	"	2"-metoxianilida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	rojo
	53 "	"	1"-naftilamida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	"
20.	54 2",4",5"-tricloroanilida de ácido 4-bromo-3-aminobenzoico	"	2"-naftilamida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	"
	55 anilida de ácido 4-carbometoxi-3-aminobenzoico	"	anilida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	"



	I	II	III	IV
	56 anilida de ácido 4-fenoxi-3-amino benzoico	ácido 2,3-hidroxinaftoico	anilida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	escarlata
5.	57 2',4'-dicloroanilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico	ácido 6-bromo-2,3-hidroxinaftoico	anilida de ácido 4-amino-difenil-4'-carboxílico	rojo
	58 "	ácido 6-metoxi-2,3-hidroxinaftoico	"	rubi
10.	59 (3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-carbomoxi-3-aminobenzoico	ácido 2,3-hidroxinaftoico	(2',5'-dicloro)-anilida de ácido 4-amino-3-metilbenzoico	escarlata
	60 (3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metoxi-3-aminobenzoico	"	"	rojo
15.	61 (3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metilmercapto-3-aminobenzoico	"	(2'-cloro-5'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-aminobenzoico	"
20.	62 2'-metil-4'-cloroanilida de ácido 4-cloro-3-amino-benzoico	"	2",5"-dicloroanilida de ácido 4-amino-difenil-4'-carboxílico	anaranjado



	I	II	III	IV
63	2'-cloro-5'-trifluorometilanilida de ácido 4-metil-3-aminobenzoico	ácido 2,3-hidroxinaftoico	amida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	rojo azulado
5. 64	"	"	4"-metoxianilida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	"
65	"	"	4"-acetilaminonilida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	"
10. 66	"	"	anilida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	"
15. 67	2'-metil-3'-cloroanilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico	"	2",5"-dicloroanilida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	anaranjado
68	"	"	2",4",5"-tricloroanilida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	"
20. 69	"	"	3"-trifluorometilanilida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	"
70	"	"	2"-cloro-5"-trifluorometilanilida de ácido 4-aminodifenil-4'-carboxílico	anaranjado rojizo



	I	II	III	IV
5.	71	2',5'-dicloroanilida de ácido 4-cloro-3-amino benzoico	ácido 2,3-hidroxinaftoico	anaranjado
	72	"	"	"
10.	73	"	"	"
	74	2',5'-dicloroanilida de ácido 4-metoxi-3-amino benzoico	"	burdeos
15.	75	"	"	"
	76	"	"	"
20.	77	2',5'-dicloroanilida de ácido 4-metil-3-aminobenzoico	"	anaranjado



EJEMPLO 2

se suspenden en 45 partes de ácido acético
glacial 23,7 partes de (2',5'-dicloro)-anilida de ácido
4-cloro-3-aminobenzoico, se hace afluir la suspensión, a-
5. gitando, a una mezcla de 30 partes de ácido clorhídrico
al 30 % en 100 partes de agua helada y luego se la diazoa
a temperatura de 0 a 5° con 20 partes de solución 4-n de
nitrito sódico y se la clarifica por filtración.

Por otra parte, se disuelven en frío 39,6
10. partes de (2"-cloro-3"-trifluorometil)-anilida de ácido
3-metil-4-(2'-hidroxi-3'-naftoilamino)-benzoico en una
mezcla de 80 partes de éter monoetílico de etilenglicol y
66 partes de lejía de sosa cáustica al 30 %. Ambas solucio-
nes, si es preciso después de diluirlas con agua, se apor-
15. tan continua_mente a una tobera mezcladora, donde se produce
una copulación inmediata de los componentes. Regulando la
aportación de las soluciones se cuida de que el pH en la
tobera mezcladora se halle entre 5 y 6. La temperatura debe
ser de 35 a 40°; se la puede regular por adición de agua
20. a las soluciones de los componentes. Se separa por filtra-
ción la suspensión de colorante que se ha originado y se
lava el residuo del filtro; luego se agita este residuo
con una mezcla constituida por 20 partes de agua, 110 par-
tes de éter monoetílico de etilenglicol y 100 partes de
25. o-diclorobenceno y se filtra el conjunto. El residuo del



- filtro se lava primeramente con éter monoetílico de etilenglicol y luego con metanol y se seca en vacío a temperatura de 70 a 80°. El colorante, obtenido en rendimiento casi cuantitativo, corresponde en matiz, pureza, finura de división y propiedades de solidez al producto obtenido según el Ejemplo 1, Tabla, nº 13.
- 5.

- Se consigue una finura de división sumamente buena para el colorante obtenido, si se añade a la solución del componente diazoico o del componente de copulación un humectante aniónico o no innógeno, por ejemplo la sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecilbencimidazol-disulfónico.
- 10.

EJEMPLO 3

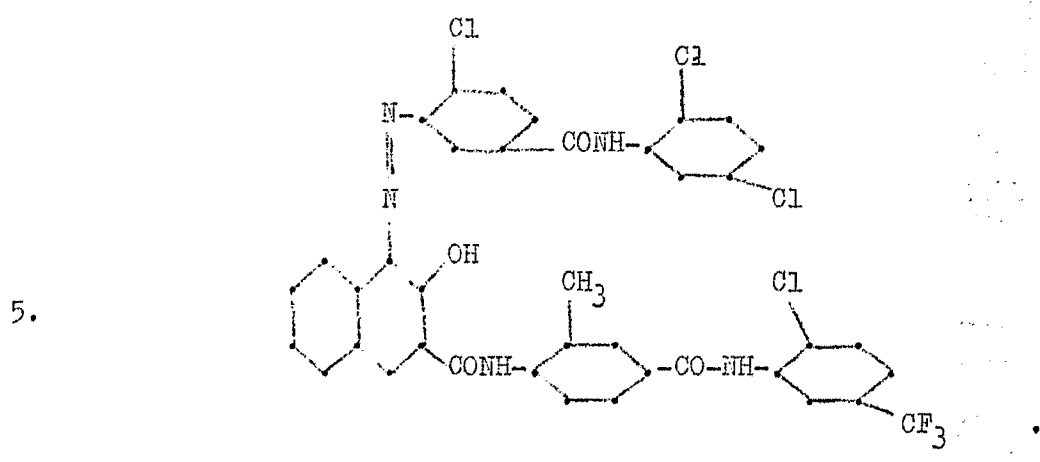
- De la manera que se ha descrito en el Ejemplo 2 se diazoan 31,6 partes de (2',5'-dicloro)-anilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico.
- 15.

- Al mismo tiempo se disuelven 49 partes de (2"-cloro-5"-trifluorometil)-anilida de ácido 3-metil-4-(2'-hidroxi-3'-naftoilamino)-benzoico en 100 partes de etanol, 10 partes de lejía de sosa cáustica al 30 %, 200 partes de agua y 150 partes de éter monoetílico de etilenglicol. Se agrega a la solución 1 parte del producto de condensación de 8 moles de óxido de etileno y 1 mol de p-terciocetilfenol y a continuación se precipita el naftol
- 20.



- en frío con 100 partes de ácido acético glacial y agitando bien. Se copula por adición de la solución diazoica que se ha descrito en el primer párrafo, mientras se mantiene un pH de 3 a 4 y una temperatura de 0 a 10°. Al final de la copulación, se prosigue la agitación durante 2 horas.
5. con aumento de la temperatura hasta 40°, se ajusta a acidez congo, por adición de ácido clorhídrico, la suspensión de pigmento originada y se la separa por filtración. Luego se lava con agua caliente hasta que en el filtrado no se perciben ya iones de cloro.
- 10.

- Después de secar en vacío a temperatura de 80 a 90°, se obtiene con buen rendimiento un polvo rojo, de grano blando, muy difícilmente soluble en los disolventes orgánicos y que al ser incorporado por laminación a las hojas de cloruro de polivinilo las tinte con tonos anaranjados. La tintura pigmentaria tiene muy buena solidez a la migración, al sobrelaqueado y a la luz. El producto así obtenido presenta la fórmula siguiente:
- 15.



EJEMPLO 4

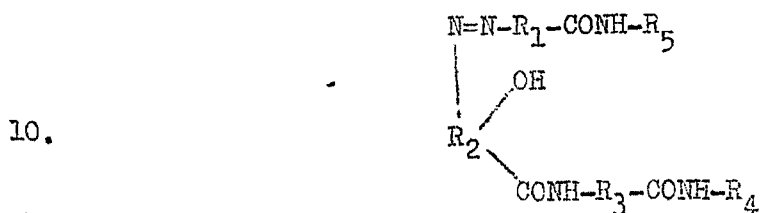
10. Se agitan conjuntamente 65 partes de cloruro de polivinilo estabilizado, 35 partes de ftalato de dioctilo y 0,2 partes del colorante obtenido según el Ejemplo 1 y luego se lamina la mezcla en vaivén en una calandria de dos rodillos, a 140° y durante 7 minutos. Se obtiene
15. una hoja de color escarlata que presenta muy buena resistencia a la luz y a la migración.



REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patentes suizas 17481/65 del 17 Diciembre de 1965 y 15892/66 del 3 de 5. Noviembre de 1966.

1. Procedimiento para la preparación de pigmentos colorantes monoazoicos, de la fórmula



en la que

- 15.
- R₁ significa un radical bencénico en el que el grupo -CONH se halla en posición meta respecto al grupo azoico;
 - R₂ significa un radical naftalínico en el que los grupos azoico, hidroxílico y carbonamido se hallan en posición 1,2,3;



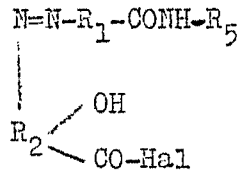
R_3 significa un radical fenilénico o difenilénico;

y

R_4 y R_5 significan átomos de hidrógeno o bien radicales arílicos carentes de grupos benzoilamínicos,

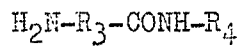
5. caracterizado por.

a) condensarse un haluro de ácido carboxílico de la fórmula



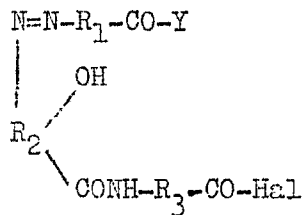
10.

con una amina de la fórmula



b) condensarse un haluro de ácido carboxílico de la fórmula

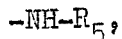
15.



20. donde



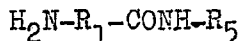
Y significa un átomo de halógeno o el radical



con amoníaco o con una arilamina carente de grupos benzoil-
amínicos,

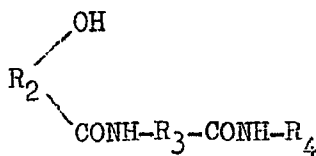
5. o bien

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



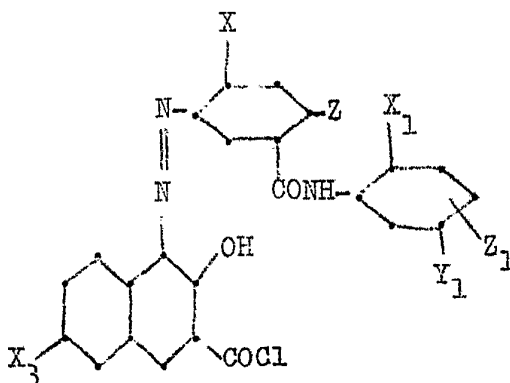
con un nafteno de la fórmula

10.



2. Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado por partirse de un cloruro de ácido carboxílico
de la fórmula

15.



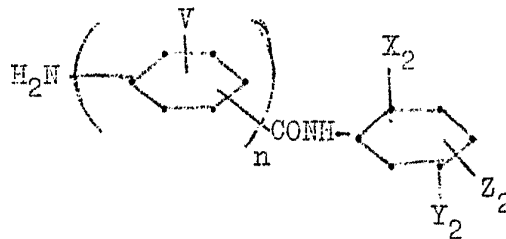
20.



donde

- X significa un átomo de halógeno o un grupo de alquilo, alcoxilo, fenoxilo o carboalcoxilo;
Z significa un átomo de hidrógeno o de halógeno;
5. X_1 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alquilo, alcoxilo, fenoxilo o carboalcoxilo;
- Y_1 y Z_1 significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos de alquilo, de alcoxilo o de trifluorometilo;
10. y
- X_3 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alcoxilo.
3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por condensarse el haluro de ácido carboxílico con una amina de la fórmula
- 15.

20.



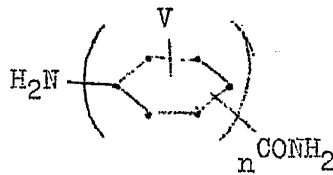
donde



- V significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alquilo, de alcoxilo, de fenoxilo, de carboalcoxilo o de alquilmercapto;
5. X_2 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o grupos de alquilo, de alcoxilo, de fenoxilo o de carboalcoxilo;
- Y_2 y Z_2 significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos de alquilo, de alcoxilo o de trifluorometilo;
10. γ
n significa el número 1 ó 2.

4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por condensarse el haluro de ácido carboxílico con una amina de la fórmula

15.



donde

- n significa el número 1 ó 2 y
20. V tiene el significado expuesto antes.



5. Procedimiento para la preparación de pigmentos colorantes monoazoicos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 33 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara,

Madrid, a 16 Diciembre 1966

p.a.

JAIME ISERN
[Handwritten signature]

Firmado: JOSE RODRIGUEZ