



Case 5969/E

343151

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

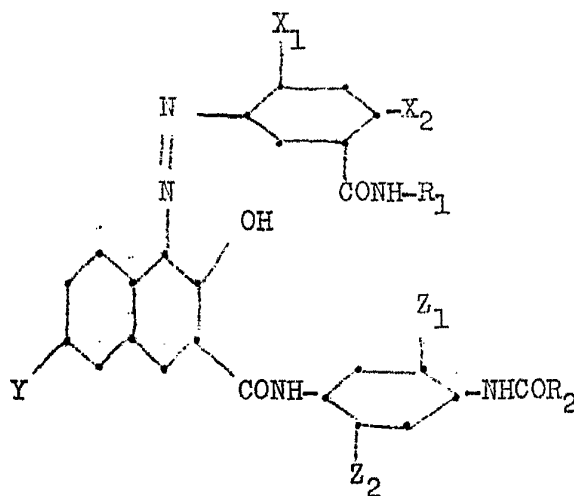
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PIGMENTOS COLORANTES MONOAZOICOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

=.=

MEMORIA DESCRIPTIVA

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

5.



10.

**POOR
QUALITY**



= 2 =

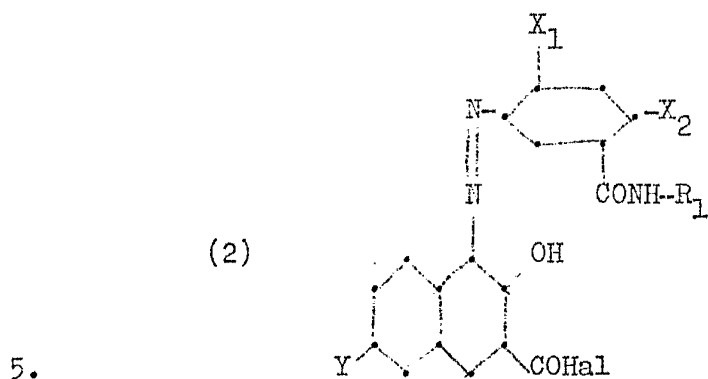
343151

en la que

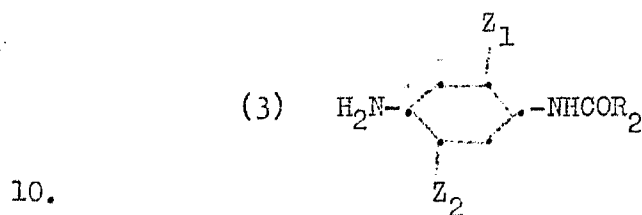
- R_2 significa un átomo de hidrógeno, un grupo de alquilo, aralquilo, cicloalquilo o alcoxilo, eventualmente substituído, o un radical heterocíclico,
- 5.
- X_1 significa un átomo de halógeno o un grupo de alquilo, de alcoxilo, de fenoxilo o de éster carboxílico,
- X_2 significa un radical fenílico, eventualmente substituído, por ejemplo substituído por átomos de halógeno o por grupos de alquilo, de alcoxilo o de trifluorometilo, siempre que X_2 signifique un átomo de halógeno; o bien representa un radical bencénico que contiene 1 a 2 grupos de trifluorometilo y eventualmente también un átomo de halógeno, o un radical bencénico que contiene 3 átomos de halógeno, siempre que X_2 signifique un átomo de hidrógeno,
- 10.
- 15.
- Y significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alcoxilo y
- 20.
- Z_1 y Z_2 significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos de alquilo o de alcoxilo,
- si
- a) se condensa un haluro de ácido carboxílico de la fórmula
- 25.
- mula



343151

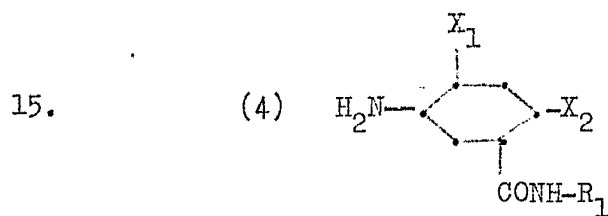


con una monoacil-p-fenilendiamina de la fórmula



o bien

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

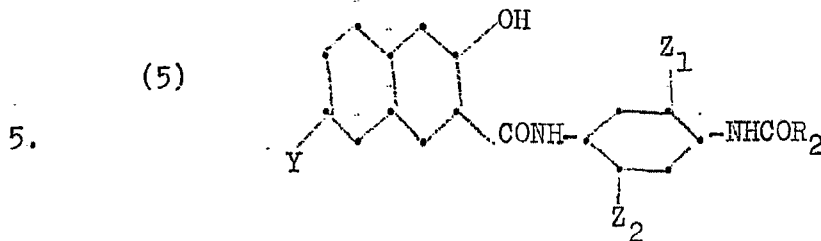




= 4 =

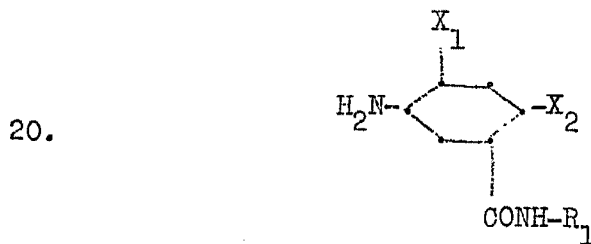
343151

con un nafteno de la fórmula



10. Dado que los colorantes de este invento son pigmentos, quedan excluidos, como se comprende, los grupos hidrosolubilizantes, en particular los grupos hidrosolubilizantes ácidos, como los grupos de ácido sulfónico o de ácido carboxílico.

15. Los ácidos carboxílicos de colorante azoico a partir de los cuales se preparan los haluros de ácido se obtienen si se copula el compuesto diazoico de una arilida de ácido aminocarboxílico de la fórmula





343151

en la que

X_1 , X_2 y R_1 tienen el significado que se ha expuesto antes, con ácido 2,3-hidroxinaftoico o sus derivados substituidos en la posición 6 por un átomo de halógeno o un grupo de alcoxilo. Particular interés tienen las arilidas de ácido aminocarboxílico que presentan en el radical arilídico un grupo de trifluorometilo. A título de ejemplos cabe citar:

5. 3'-trifluorometilanilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico,
3',5'-bis-trifluorometilanilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico,
10. 2'-cloro-5'-trifluorometilanilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico,
2',4',5'-tricloroanilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico,
2',4',6'-tricloroanilida de ácido 4-cloro-3-aminobenzoico,
15. 2'-cloroanilida de ácido 2,4-dicloro-5-aminobenzoico,
4'-cloroanilida de ácido 2,4-dicloro-5-aminobenzoico,
2',4'-dicloroanilida de ácido 2,4-dicloro-5-aminobenzoico,
2',5'-dicloroanilida de ácido 2,4-dicloro-5-aminobenzoico,
2',4',5'-tricloroanilida de ácido 2,4-dicloro-5-aminoben-
20. zoico,
2',4',6'-tricloroanilida de ácido 2,4-dicloro-5-aminobenzoico,
3'-trifluorometilanilida de ácido 2,4-dicloro-5-aminobenzoico,
25. 4'-cloroanilida de ácido 2,4-di-(4"-clorofenoxi)-5-aminobenzoico



= 6 =

343151

- 4'-metoxianilida de ácido 2,4-dicloro-5-aminobenzoico,
2'-cloro-5'-trifluorometilánilida de ácido 2,4-dicloro-
5-aminobenzoico,
(3"-trifluorometil)-anilida de ácido 4-(4"-cloro)-fenoxi-
5. 3-aminobenzoico,
(3"-trifluorometil)-anilida de ácido 2,4-difenoxi-5-ami-
nobenzoico,
(2',4',5'-tricloro)-anilida de ácido 2-cloro-4-fenoxi-
5-aminobenzoico,
10. 3'-trifluorometilánilida de ácido 4-metoxi-3-aminobenzoico,
3',5'-bis-trifluorometilánilida de ácido 4-metoxi-3-ami-
nobenzoico,
2'-cloro-5'-trifluorometilánilida de ácido 4-metoxi-3-
aminobenzoico,
15. 2',4',5'-tricloroanilida de ácido 4-metoxi-3-aminobenzoico,
2',4',6'-tricloroanilida de ácido 4-metoxi-3-aminobenzoico,
3'-trifluorometilánilida de ácido 4-metil-3-aminobenzoico,
3',5'-bis-difluorometilánilida de ácido 4-metil-3-amino-
benzoico,
20. 2'-cloro-5'-trifluorometilánilida de ácido 4-metil-3-
amino benzoico,
2',4',5'-tricloroanilida de ácido 4-metil-3-aminobenzoico,
2',4',6'-tricloroanilida de ácido 4-metil-3-aminobenzoico,
3'-trifluorometilánilida de ácido 4-carbometoxi-3-amino-
25. benzoico,



= 7 =

343151

2',4',5'-tricloroanilida de ácido-carbometoxi-3-amino-benzoico,

2',4',6'-tricloroanilida de ácido 4-carbometoxi-3-amino-benzoico,

5. 3'-trifluorometilanilida de ácido 4-fenoxi-3-aminobenzoico,
2',4',5'-tricloroanilida de ácido 4-fenoxi-3-aminobenzoico,
2',4',6'-tricloroanilida de ácido 4-fenoxi-3-aminobenzoico.

Los ácidos azocarboxílicos obtenidos se tratan con agentes aptos para transformar los ácidos carboxílicos en sus haluros (por ejemplo, en los cloruros o bromuros); 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.

15. El tratamiento con estos agentes halogenantes de los ácidos se efectúa de conveniencia en disolventes orgánicos indiferentes, como los clorobencenos, por ejemplo mono- o di- clorobenceno, tolueno, xileno o nitrobenzeno.

En la preparación de los haluros de ácido carboxílico es por lo general conveniente secar de antemano los ácidos azocarboxílicos preparados en medio acuoso o bien liberarlos del agua azeotrópicamente por ebullición en un disolvente orgánico.

- El secado azeotrópico puede, si se quiere, realizarse inmediatamente antes del tratamiento con los agen-
- 25.



343151

tos halogenantes de los ácidos.

En calidad de monoacil-p-fenilen-diaminas se emplean preferentemente aquellas cuyo radical acílico se

deriva de un ácido monocarboxílico alifático de peso mole-

5. cular bajo, por ejemplo del ácido fórmico, del ácido acético, del ácido propiónico o del ácido butílico; o de un ácido monocarboxílico alifático substituido, por ejemplo del ácido cloroacético, del ácido dicloroacético, del ácido tricloroacético, del ácido alfa-cloropropiónico, del ácido beta-cloropropiónico, del ácido fenilacético, del ácido metoxiacético o del ácido fenoxiacético. Entran también en cuenta
10. los radicales acílicos de ácidos carboxílicos alifáticos insaturados, por ejemplo del ácido acrílico o del ácido crotónico, o de ácidos carboxílicos alifáticos substituidos
15. insaturados, por ejemplo del ácido cinámico, lo mismo que los radicales acílicos de ácidos carboxílicos cicloalifáticos, por ejemplo del ácido hexahidrobenczoico, o los radicales de la fórmula

-COO-alquilo.

20. Por último, cabe citar todavía los radicales de ácidos carboxílicos heterocíclicos, por ejemplo del ácido piridin-3- o -4-carboxílico o del ácido tiofen-2-carboxílico.

A título de ejemplos cabe mencionar los com-

25. puestos siguientes:



343151

- 4-formilamino-anilina,
- 4-acetilamino-anilina,
- 4-propionilamino-anilina,
- 4-butirilamino-anilina,
- 5. 4-cloroacetilamino-anilina,
- 4-tricloroacetilamino-anilina,
- 4-fenoxiacetilamino-anilina,
- 4-crotonilamino-anilina,
- 4-cinamoilamino-anilina,
- 10. 4-carbomctoxiamino-anilina,
- 2-metil-4-acetilaminoanilina,
- 2-cloro-4-acetilaminoanilina,
- 2-metoxi-4-acetilaminoanilina,
- 2,5-dimetil-4-acetilamino-anilina,
- 15. 2,5-dimetil-4-formilamino-anilina,
- 2,5-dimetil-4-cinamoilamino-anilina,
- 2,5-dimetil-4-nicotinilamino-anilina,
- 2,5-dimetil-4-tiofen-1'-carbonilamino-anilina,
- 2,5-dimetil-5-dimetil-4-carboctoxiamino-anilina,
- 20. 2,5-dicloro-4-acetilamino-anilina,
- 2,5-dicloro-4-cinamoilamino-anilina,
- 2,5-dietoxi-4-acetilamino-anilina,
- 2,5-dimetoxi-4-acetilamino-anilina,
- 2-cloro-5-metil-4-acetilamino-anilina y
- 25. 2-cloro-5-metoxi-4-acetilamino-anilina.



343151

- La condensación entre los haluros de ácido carboxílico del tipo que se ha mencionado al principio y las aminas se efectúa convenientemente en medio anhidro. En estas condiciones se desarrolla por lo general con sorprendente facilidad, incluso a temperaturas que se hallan en el campo de ebullición de los disolventes orgánicos normales, como el tolueno, el monoclorobenceno, el diclorobenceno, el triclorobenceno, el nitrobenzono y similares. Para acelerar la reacción se recomienda en general el empleo de 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 las veces 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 se puede renunciar sin perjuicio a la segregación de los cloruros de ácido y proceder a la condensación a continuación inmediata de la preparación de los cloruros de ácido carboxílico.

- Por la modalidad de realización b) del procedimiento de este invento se llega a nuevos colorantes si se copula el compuesto diazoico de un amina de la fórmula (4) con un nafteno de la fórmula (5).

- La copulación se produce por adición gradual de la solución acuosoalcalina del componente de copulación a la solución ácida de la sal de diazonio. La cantidad de hi-



343151

- dróido alcalino empleada para la solución del componente de copulación se ajusta de conveniencia de modo que sea suficiente para neutralizar el ácido mineral que en la copulación se desprende de la sal de diazenio. La copulación se efectúa de conveniencia con pH de 4 a 9. El índice de pH se ajusta ventajosamente por adición de un amortiguador. En calidad de amortiguadores entran en cuenta, por ejemplo, las sales (en particular las sales alcalinas) del ácido fórmico, del ácido fosfórico o, en especial, del ácido acético. La solución
5. alcalina del componente de copulación contiene de conveniencia en humectante, un agente dispersante o un agente emulgente, por ejemplo un sulfonato de aralquilo (como el sulfonato de dodecilbenzeno o la sal sódica del ácido 1,1'-naftilmetansulfónico), productos de policondensación de
10. óxidos de alquileo (como el producto de la acción del óxido de etileno sobre el p-octilfenol terciario) y asimismo los ésteres alquílicos de sulforricinoleatos (por ejemplo, sulforricinoleato de n-butilo). La dispersión del componente de copulación puede contener también ventajosamente coloides
15. 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 el benceno, el tolueno, el xileno, el clorobenceno, los diclorobencenos
20. o el nitrobenceno, lo mismo que hidrocarburos halogenados
- 25.



343151

alifáticos, como por ejemplo el tetracloruro de carbono o el tricloroetileno, e igualmente disolventes orgánicos miscibles con el agua, como la acetona, el éter monometílico de etilenglicol, la metiletilcetona, el metanol, el etanol o el isopropanol.

5. La copulación puede realizarse también ventajosamente combinando de manera continua en una tobera mezcladora una solución ácida de la sal de diazonio con una solución alcalina del componente de copulación, lo que hace que se produzca una copulación inmediata de los componentes.
10. Hay que procurar 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 se manifiesta ventajoso. Esto puede lograrse de la manera más sencilla por el control del pH del líquido en la tobera mezcladora. También hay que procurar que en la tobera mezcladora se produzca una intensa turbulencia de ambas soluciones. La dispersión de colorante originada se extrae continuamente de la tobera mezcladora y se separa el colorante por filtración.
15. 20.

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 ésteros de celulosa, o superpoliamidas y respectivamente superpoliure-

25.



343151

- tanos o poliésteres en la masa para hilar, lo mismo que para preparar barnices teñidos o formadores de barnices, soluciones o productos a base de acetilcelulosa, nitrocelulosa, sinas naturales o artificiales, como resinas de polimerización o resinas de condensación, por ejemplo aminoplastos, resinas alquílicas, fenoplastos, poliolefinas (como el poliestireno, el cloruro de polivinilo, el polietileno, el polipropileno y el poliacrilonitrilo), goma, caseína, silicón y resinas de silicón. Además se pueden emplear ventajosamente para la preparación de lápices de coloreo, preparados cosméticos o placas laminadas.
- 5.
- 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.
- 15.

EJEMPLO 1

- Se diazoan 14,7 partes de (3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metil-3-aminobenzoico con nitrito sódico, en ácido clorhídrico acuoso y en presencia de ácido acético, y el compuesto diazoico obtenido se copula con 9,5 partes de ácido 2,3-oxinaftoico. 14,8 partes del colorante monoazoico obtenido se calientan a temperatura de 115 a 120° en mezcla con 250 partes de o-diclorobenceno, 0,5 partes de dimetil-
- 20.



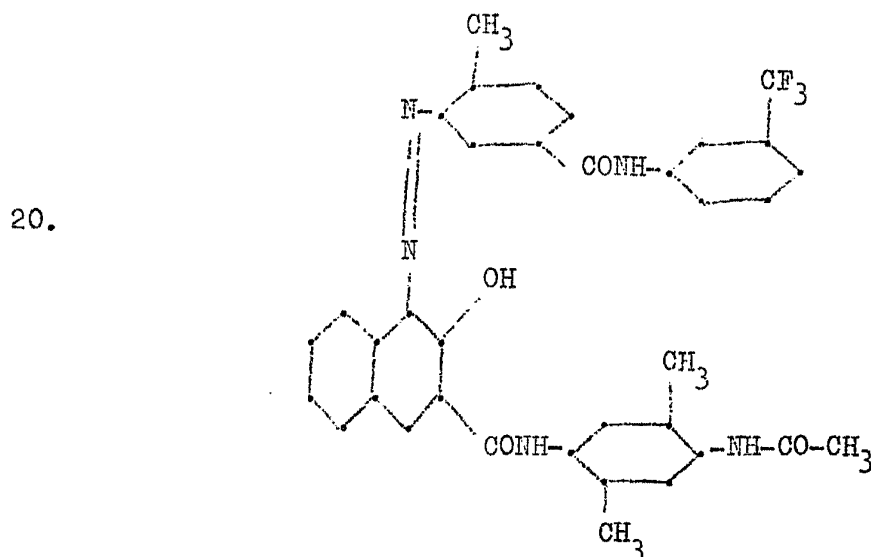
= 14 =

343151

formamida y 2,5 partes de cloruro de tionilo, agitando y durante 1 hora. Después del enfriamiento de la mezcla reaccional, se aísla por filtración el cloruro de ácido monocarboxílico del colorante, que se ha precipitado en forma de agujetas uniformes, se le lava con un poco de o-diclorobenceno frío y con benceno y se le seca en vacío a temperaturas de 50 a 60°.

10,2 partes de este cloruro se calientan durante 14 horas a temperatura de 140 a 145° en mezcla con 4 partes de 2,5-dimetil-4-acetilaminocanilina y 150 partes de o-diclorobenceno. A continuación se separa por filtración en caliente el pigmento, difícilmente soluble, se le lava con o-diclorobenceno caliente, con alcohol hirviente y con agua caliente y se le seca en vacío a temperatura de 70 a 80°.

15. El colorante de la fórmula





= 15 =

343151

constituye un pigmento rojo, difícilmente soluble hasta insoluble en los disolventes usuales y que tinte las láminas de cloruro de polivinilo con tonos rojos brillantes, de excelente resistencia a la luz, a la migración y al sobrelaqueado.

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



343151

	I	II	III	IV
5. 1	(3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metoxi-3-amino-benzoi-co	ácido 2,3-hidroxi-naftoico	2,5-dimetil-4-acetilamino-anilina	rojo azulado
2	"	"	2,5-dimetil-4-butirilamino-anilina	"
10. 3	"	"	2,5-dimetil-4-ciclohexilamino-anilina	"
4	"	"	4-propionilamino-anilina	"
5	"	"	2-metoxi-5-cloro-4-acetil-amino-anilina	"
15. 6	"	"	2,5-dicloro-4-propionilamino-anilina	"
20. 7	(3'-trifluorometil)-anilida de ácido 6-cloro-4-metoxi-3-aminobenzoico	"	2,5-dimetil-4-acetilaminoanilina	"
25. 8	(3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4,6-dimetoxi-3-aminobenzoico	"	4-acetilamino-anilina	rojo



343151

	I	II	III	IV
5.	9 (3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metoxi-3-aminobenzoico	ácido 6-bromo-2,3-hidroxi-naftoico	2,5-dimetil-4-acetilamino-anilina	rojo azulado
10.	10 (2'-cloro-5'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metoxi-3-aminobenzoico	"	4-propionil-amino-anilina	"
	11 "	ácido 2,3-hidroxi-naftoico	2,5-dimetil-4-formilamino-anilina	"
15.	12 (2'-cloro-5'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metil-3-aminobenzoico	"	2,5-dimetil-4-acetilamino-anilida	rojo
	13 "	"	4-butilamino-anilina	"
20.	14 (3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metil-3-aminobenzoico	"	2,5-dimetil-4-propionil-amino-anilina	"
	15 "	"	4-fenil-acetilamino-anilina	"
25.	16 "	"	4-acetilamino-2-metil-anilina	"



343151

	I	II	III	IV	
	17	(3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metil-3-amino-benzoico	ácido 2,3-hidroxi-naftoico	4-propionil-amino-3-cloro-anilina	rojo
5.	18	"	"	2-metil-4-acetil-amino-5-cloro-anilina	"
	19	"	"	2,5-dicloro-4-propionilamino-anilina	"
10.	20	"	"	2,5-dimetoxi-4-fenilacetil-amino-anilina	"
	21	"	"	2,5-dimetil-4-fenoxi-acetilamino-anilina	"
15.	22	"	"	2,5-dietoxi-4-fenoxi-acetilamino-anilina	"
	23.	(3',5'-di-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metil-3-amino-benzoico	"	2,5-dimetil-4-acetilamino-anilina	"
	24	"	"	4-propionilamino-anilina	"
20.	25.	"	"	4-cinamoilamino-anilina	"



343151

	I	II	III	IV
5.	26 (3',5'-di-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metil-3-amino-benzoico	ácido 2,3-hidroxi-naftoico	2,5-dimetil-4-acrotilamino-anilina	rojo
	27 "	"	2,5-dimetil-4-formilaminamino-anilina	"
10.	28 (3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-cloro-3-amino-benzoico	"	2,5-dimetil-4-acetilamino-anilina	escarlata
	29 "	"	4-propionilamino-anilina	"
	30 "	"	2-cloro-4-acetilamino-anilina	"
15.	31 (2'-cloro-5'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-cloro-3-amino-benzoico	"	2,5-dimetil-4-acetilamino-anilina	"
	32 "	"	2,5-dimetil-4-formil-amino-anilina	rojo
20.	33 "	"	4-acetilamino-2-metoxi-anilina	"
	34 "	"	4-acetilamino-3-trifluoro-metil-anilina	anaranjado rojizo



343151

	I	II	III	IV
5.	35 (3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-cloro-3-amino-benzoico	ácido 2,3-hidroxi-naftoico-	2,5-dicloro-4-acetilamino-anilina	rojo
	36 "	"	2-metoxi-5-cloro-4-acetil-amino-anilina	"
10.	37 "	"	4-propionil-amino-anilina	anaranjado rojizo
	38 "	"	2,5-dimetil-4-propionilamino-anilina	rojo
15.	39 (3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4,6-dicloro-3-amino-benzoico	"	2,5-dicloro-4-acetil-amino-anilina	escarlata
	40 "	"	2,5-dimetil-4-propionil-amino-anilina	rojo
20.	41 "	"	2,5-dimetil-4-formil-amino-anilina	"
25.	42 (2'-cloro-5'-trifluorometil)-anilida de ácido 4,6-dicloro-3-amino-benzoico	"	4-acetilaminoanilina	"



343151

	I	II	III	IV	
	43	(2',4'-dicloro)- anilida de ácido 4,6-dicloro-3- -amino-benzoico	ácido 2,3- -hidroxi- -naftoico	2,5-dicloro-4-ace- tilamino-anilina	rojo
5.	44	"	"	4-acetil-amino-2- -metoxi-anilina	escarlata
	45	"	"	5-cloro-4-acetil- -amino-2-metoxi- anilina	"
10.	46	(2',5'-di-cloro)- anilida de ácido 4,6-dicloro-3- -amino-benzoico	"	4-propionilaminoani- lina	"
15.	47	"	"	2,5-dimetil-4-car- boetoxi-amino-ani- lina	rojo
	48	(2',4',5'-triclo- ro)-anilida de áci- do 4,6-dicloro-3- amino-benzoico	"	4-acetilamino-ani- lina	escarlata
20.	49	"	"	2,5-dicloro-4-pro- pionilamino-anilina	"
	50	(2',4',6'-triclo- ro)-anilidad de ácido 4,6-dicloro- -3-amino-benzoico	"	2,5-dimetil-4-acetil- -amino-anilina	rojo
25.	51	"	"	2,5-dimetoxi-4-pro- pionilamino-anilina	"



343151

	I	II	III	IV
	52 (4'-cloro)-anilida de ácido 4,6-dicloro-3-amino-benzoico	ácido 2,3-hidroxi-naftoico	4-acetilamino-anilida	escarlata
5.	53 "	"	2,5-dimetil-4-propionilamino-anilina	rojo
	54 (3'-cloro)-anilida de ácido 4,6-dicloro-3-amino-benzoico	"	4-acetil-amino-anilina	"
10.	55 "	"	2,5-dicloro-4-butilaminoanilina	"
	56 (2'-cloro)-anilida de ácido 4,6-dicloro-3-amino-benzoico	"	4-acetilamino-anilina	"
15.	57 (4'-bromo)-anilida de ácido 4,6-dicloro-3-amino-benzoico	"	"	"
	58 (3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metoxi-3-amino-benzoico	"	2,5-dimetil-aminoanilina	"
20.				
	59 (3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metoxi-3-amino-benzoico	"	4-cloroacetil-aminoanilina	rojo azulado
25.				



343151

	I	II	III	IV	
	60	(3'-trifluoro-me til)-anilida de ácido 4-metil-3- amino-benzoico	ácido 2,3- -hidroxi- naftoico	4-tricloro-acetilami- no-anilina	rojo
5.	61	(3'-trifluoro-me til)-anilida de ácido 4-cloro-3- amino-benzoico	"	4-(beta-cloro)-propio nil-amino-anilina	escarlata
	62	(2',4'-dicloro)- anilida de ácido 4,6-dicloro-3- amino-benzoico	"	4-(alfa-cloro)-propio nil-amino-anilina	"
10.	63	"	"	dicloroacetil-amino anilina	rojo
	64	"	"	2,5-dicloro-4-cloro- -acetil-amino-anilina	"
15.	65	"	"	2,5-dicloro-4-triclo- ro-acetil-amino-anili- na	"
	66	(2'-metil-5'-cloro)- anilida de ácido 4,6-dicloro-3-amino- -benzoico	"	2,5-dimetil-4-acetil- amino-anilina	"
20.	67	(2'-metil-3'-cloro)- -anilida de ácido 4,6-dicloro-3-amino- benzoico	"	2,5-dimetil-4-acetil- -amino-anilina	"



= 24 =

343151

	I	II	III	IV
68	(2'-metil)-anilida de ácido 4,6-dicloro-3-amino-benzoico	ácido 2,3-hidroxi-naftoico	2,5-dimetil-4-acetil-amino-anilina	rojo
5. 69	(3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metoxi-3-amino-benzoico	"	2,5-dimetil-4-nicotinilamino-anilina	rojo azulado
70	"	"	4-nicotinilamino-anilina	"
10. 71	"	"	4-tiofenilamino-anilina	"
72	"	"	2,5-dimetil-4-tiofenilamino-anilina	"
73	"	"	2,5-dicloro-4-nicotinilamino-anilina	"
15. 74	"	"	2,5-dimetoxi-4-nicotinilamin-anilina	"
75	"	"	2,5-dimetil-4-isonicotinilamino-anilina	"
20. 76	(3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metil-3-amino-benzoico	"	2,5-dimetil-4-nicotinilamino-anilina	"



= 25 =

343151

	I	II	III	IV	
	77	(3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metil-3-amino-benzoico	ácido 2,3-hidroxi-naftoico	4-nicotinilamino-anilina	rojo
5.	78	"	"	4-isonicotinilamino-anilina	"
	79	(2'-cloro-5'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-cloro-3-amino-benzoico	"	"	escarlata
10.	80	"	"	2,5-dimetil-4-nicotinilamino-anilina	"
15.	81	(2',5'-dicloro) anilida de ácido 2,4-dicloro-5-amino-benzoico	"	"	"
	82	(3'-trifluoro-metil)-anilida de ácido 4-metoxi-3-amino-benzoico	ácido 6-bromo-2,3-hidroxi-naftoico	"	rubí
20.	83	(2',4',5'-tricloro)-anilida de ácido 2-cloro-4-fenoxi-5-amino-benzoico	ácido 2,3-hidroxi-naftoico	4-acetilamino-anilina	escarlata



= 26 =

343151

	I	II	III	IV
5.	84 (3"-trifluorometil)-anilida de ácido 4-(4'-cloro)-fenoxi-3-aminobenzoico	ácido 2,3-hidroxi-naftoico	4-acetilamin-anilina	escarlata
	85 (3'-cloro)-anilida de ácido 4,6-dimetil-3-amino benzoico	"	2,5-dimetil-4-acetil aminoanilina	rojo
10.	86 (2'-cloro-5'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-metoxi-3-amino benzoico	ácido 6-metoxi-2,3-hidroxi-naftoico	"	rubí
15.	87 "	"	éster métilico de ácido 4-aminofenil-carbámico	"



343151

EJEMPLO 2

5. Se disuelven en caliente 23,3 partes de (3'-trifluorometilanilida) de ácido 4-metoxi-3-aminobenzoico en 45 partes de ácido acético glacial, se hace afluir esta solución, agitando, a una solución de 30 partes de ácido clorhídrico al 30 % en 100 partes de agua helada y luego se diazoa a temperatura de 0 a 5° con 20 partes de solución 4-n de nitrito sódico y se clarifica por filtración.

10. Por otra parte, se disuelven en frío 27,5 partes de (4'-acetilamino-2',5'-dimetilfenil)-amida de ácido 2-hidroxi-3-naftoico en una mezcla de 80 partes de éter monoetílico de etilenglicol y 66 partes de lejía de sosa cáustica al 30 %. Ambas soluciones, si es preciso después de diluirlas con agua, se aportan en continuo a una tobera mezcladora en la que se produce una copulación inmediata de los componentes. Regulando la llegada de las soluciones se cuida de que el pH en la tobera mezcladora se halle entre 5 y 6. La temperatura debe hallarse entre 35 y 40°. Se la puede regular añadiendo agua a las soluciones de los componentes.

15.

20.

Se filtra la suspensión de colorante originada y se lava el residuo del filtro; luego se agita este último con una mezcla compuesta de 20 partes de agua, 110 partes de éter monoetílico de etilenglicol y 100 partes de



= 28 =

343151

o-diclorobenceno, se calienta el conjunto y se le filtra.

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 con ren-

5. dimiento casi cuantitativo, corresponde en matiz, pureza, finura de división y propiedades de solidez al producto obtenido según el Ejemplo 1, nº 1 de la Tabla.

10. Se logra una división fina sumamente buena del colorante 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. De manera correspondiente a cómo se ha descrito en el primer párrafo, pueden diazoarse los componentes diazoicos reseñados en la columna I de la tabla que sigue y copularse con los naftenos mencionados en la columna II. La columna III indica el matiz de las tinturas obtenidas con los pigmentos en cloruro de polivinilo.



343151

	I	II	III
	1 (3'-trifluorometil)anilida de ácido 4-metoxi-3-amino-benzoico	(4'-acetilamino)-fenilamida de ácido 2-hidroxi-3-naftoico	rojo azulado
5.	2 "	(4'-propionilamino-2',5'-dimetil)-fenilamida de ácido 2-hidroxi-3-naftoico	"
	3 (3'-trifluorometil)anilida de ácido 4-metil-3-amino-benzoico	"	rojo
10.	4 "	(4'-acetilamino)-fenilamida de ácido 2-hidroxi-3-naftoico	"
	5 (3'-trifluorometil)-anilida de ácido 4-cloro-3-amino-benzoico	"	escarlata
15.	6 "	(4'-formilamino-2',5'-dimetil)-fenilamida de ácido 2-hidroxi-3-naftoico	rojo
	7 (2',4'-tricloro)-anilida de ácido 4,6-dicloro-3-amino-benzoico	(4'-acetilamino-2',5'-dicloro)-fenilamida de ácido 2-hidroxi-3-naftoico	"



= 30 =

343151

	I	II	III
8	(2',4'-dicloro)-anilida de ácido 4,6-dicloro-3-amino-benzoico	(4'-acetilamino-5'-cloro-2'-metoxi)-fenilamida de ácido 2-hidroxi-3-naftoico	escarlata
5. 9	(2',5'-dicloro)-anilida de ácido 4,6-dicloro-3-amino-benzoico	"	"



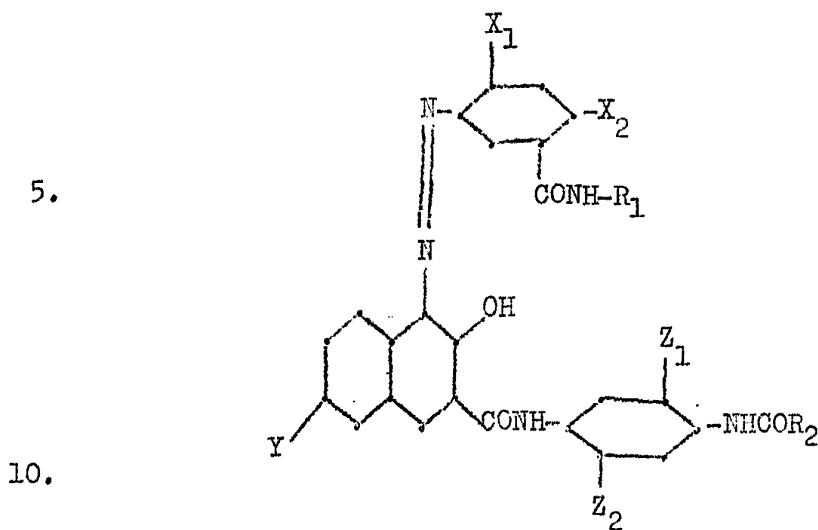
= 31 =

343151

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 nº 10403/66 del 19.7.66 y 8693/67 del 19.6.67.

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



en la que

R_2 significa un átomo de hidrógeno, un grupo de alquilo, aralquilo, cicloalquilo o alcóxilo,



= 32 =

343151

eventualmente substituído, o un radical hete-
rocíclico,

5. X_1 significa un átomo de halógeno o un grupo de alquilo, de alcoxilo, de fenoxilo o de éster carboxílico,
- X_2 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alquilo, de alcoxilo o de fenoxilo,
- Y significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alcoxilo,
10. R_1 significa un radical fenílico, eventualmente substituído, por ejemplo substituído por átomos de halógeno o por grupos de alquilo, de alcoxilo o de trifluorometilo, siempre que X_2 signifique un átomo de halógeno; o bien representa un radical bencénico que contiene 1 a 2 grupos de trifluorometilo y eventualmente también un átomo de halógeno, o un radical bencénico que contiene 3 átomos de halógeno, siempre que X_2 signifique un átomo de hidrógeno, y
15. Z_1 y Z_2 significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos de alquilo o de alcoxilo,
20. Z_1 y Z_2 significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos de alquilo o de alcoxilo,

caracterizado por:

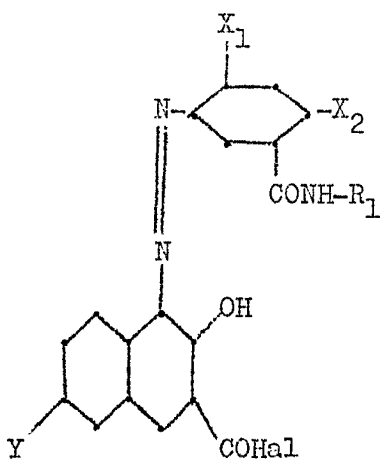
- a) condensarse un haluro de ácido carboxílico de la fórmula



= 33 =

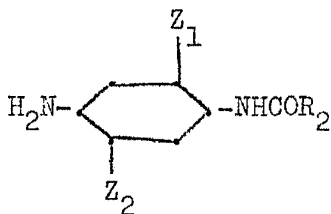
343151

5.



10.

con una monoacil-p-fenilendiamina de la fórmula



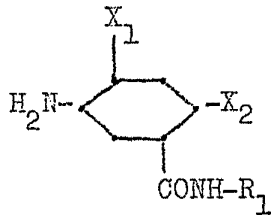
15.

o bien

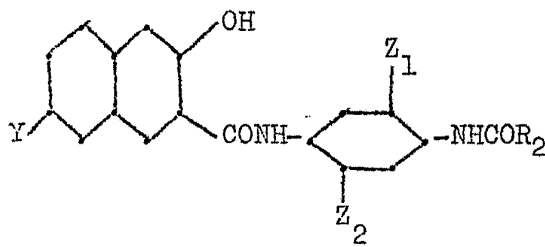
b) copularse el compuesto diazoico de una amina de la fórmula



343151



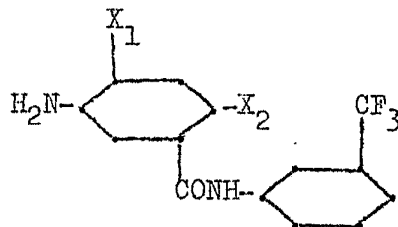
5. con un nafteno de la fórmula



10.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse los compuestos diazoicos de aminas de la fórmula

15.



en la que

20. X_1 y X_2 tienen el significado que se ha expuesto antes.



= 35 =

343151

3. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque R_2 en las fórmulas indicadas significa un grupo alquílico, aralquílico, cicloalquílico, alcoxi o un radical heterocíclico.

5. 4. Procedimiento para la preparación de pigmentos colorantes monoazoicos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 35 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 18 de Julio de 1967

p.a.

JAIMÉ ISERA