



Case 1-2645+C

355984

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 DISAZOICOS",
a favor de la firma suiza J.R. GEIGY A.G., residente en BASILEA
(Suiza).

= . =

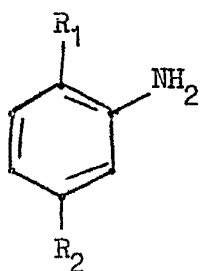
MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a nuevos pigmentos disazoicos, procedimiento para su preparación, su utilización para pigmentar material polímero orgánico, así como, como producto industrial, el material orgánico polímero con ellos pigmentado.

5. Se ha hallado, que se obtienen pigmentos disazoicos varios y nuevos, cuando se copula dos equivalentes del compuesto de diazonio de una amina de la fórmula general I



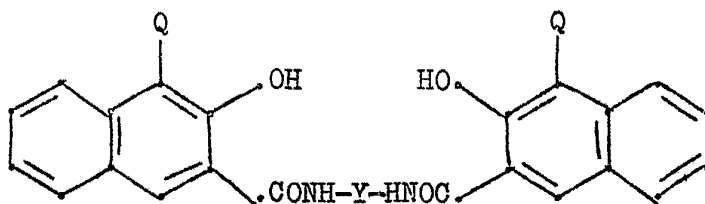
5.



(I)

con un equivalente de un compuesto de copulación de la fórmula general II

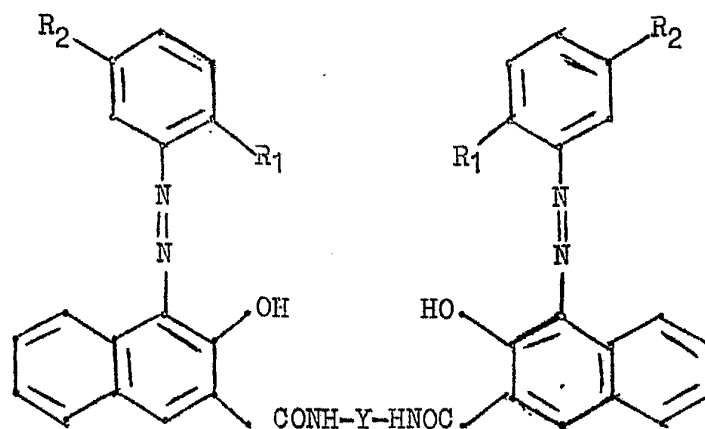
10.



(II)

para formar un pigmento disazoico de la fórmula general III

15.



(III)

20.

Además los materiales de partida de las fórmulas I, y II, se eligen de forma que el pigmento disazoico de la fórmula III no contenga grupos acuosolubles, es decir ni grupos que disocian



ácido ni grupos que forman sal en agua, como ejemplos grupos de ácido sulfónico, de ácido carboxílico o de ácido fosfónico o grupos de onio, como por ejemplo grupos de amonio o sulfonio y grupos amino.

5. En las fórmulas I, o bien II y III:

R_1 significa un grupo de éster de ácido carboxílico o un grupo de amida de ácido carboxílico N,N-disustituida,

R_2 significa el grupo de amida de ácido carboxílico o un grupo de amida de ácido carboxílico N-monosustituida o N,N-disustituida, y caso de que R_1 signifique un grupo de

10. amina de ácido carboxílico N,N-disustituida, asimismo un grupo de éster de ácido carboxílico,

Y significa el radical de una diamina y

Q significa hidrógeno o un substituyente reemplazable por

15. el grupo azoico.

Si R_1 o R_2 significan un grupo de éster de ácido carboxílico, se trata por ejemplo de un grupo de éster arílico, alquílico, cicloalquílico y aralquílico. Como grupos de éster arílico de ácido carboxílico pueden entrar en consideración en espe-

20. cial grupos de éster arílico monocíclico, por ejemplo un grupo de éster fenílico de ácido carboxílico, cuyo núcleo fenílico puede estar todavía substituido asimismo mediante grupos alquílicos, como el grupo metílico o etílico; grupos alcoxi, como el grupo metoxi o etoxi; o átomos de halógeno, como bromo o cloro. Como

25. aminas de la fórmula I, en la que R_1 o R_2 significa un grupo de éster alquílico de ácido carboxílico, se citan aquéllas con un



radical alquílico de 1 a 4 átomos de carbono, como el grupo de éster metílico del ácido carboxílico, el grupo de éster etílico, n-propílico, isopropílico o tercibutílico de ácido carboxílico. Como grupos de éster cicloalquílico de ácido carboxílico se citan en especial el grupo ciclohexílico de ácido carboxílico y como grupos de éster alquílico de ácido carboxílico, el grupo de éster benzílico o fenético de ácido carboxílico.

- 5.
- Si R_1 y R_2 significan en la fórmula I un grupo de amida de ácido carboxílico N,N-disustituida o R_2 significa un grupo de amida de ácido carboxílico N-mono-sustituida puede entrar en consideración como sustituyente de nitrógeno, por ejemplo radicales alquílicos de cadena rectilínea o ramificada con de preferencia 4 átomos de carbono a lo sumo, como el radical metílico, propílico o butílico, radicales cicloalquílicos, como el radical ciclohexílico o metilciclohexílico; radicales aralquílicos, en especial un radical fenalquílico, como el radical benzílico; o radicales arílicos carbocíclicos, y además de preferencia el radical fenílico.
- 10.
- 15.

- Los sustituyentes N,N de los grupos de amida de ácido carboxílico en R_1 y/o R_2 pueden asimismo cerrarse bajo inclusión del átomo de nitrógeno para formar un anillo heterociclo de 5 o 6 miembros, como por ejemplo para formar un anillo de pirrol, morfolina o piperidina.
- 20.

- Si estos radicales arílicos y aralquílicos están sustituidos ulteriormente en el núcleo arílico, pueden mostrar como sustituyentes por ejemplo halógenos, como fluor, cloro o bromo;
- 25.



grupos ciano; grupos alquílicos o alcoxi con hasta 3 átomos de carbono, como el grupo metílico, etílico o propílico, el grupo metoxi o etoxi; grupos perhalógeno alquílicos, como el grupo trifluorometílico o grupos alquilmercapto como el grupo metilmercapto.

5.

Se utiliza ventajosamente aquellas aminas de la fórmula I en las que R_1 significa un grupo de éster alquílico inferior de ácido carboxílico, en especial un grupo de éster metílico de ácido carboxílico, y R_2 significa un grupo de amida de ácido carboxílico eventualmente substituida, en especial una en la que un átomo de hidrógeno está substituido mediante un grupo alquílico inferior, un radical arílico eventualmente substituido, en especial el radical fenílico o un radical aralquílico.

10.

El núcleo bencénico de las aminas de la fórmula I puede todavía contener otros substituyentes, por ejemplo halógenos, como cloro, pero también bromo o fluor; grupos alquílicos o grupos alcoxi con 3 átomos de carbono a lo sumo, como el grupo metílico o etílico, o el grupo metoxi o etoxi; y además todavía el grupo ciano. Sin embargo el núcleo bencénico de preferencia no está substituido ulteriormente.

15.

20.

Como ejemplos de aminas de la fórmula I, que pueden utilizarse según la invención, se citan en esta conexión los compuestos siguientes:

25.

Amida de ácido 5-carboxílico de éster metílico del ácido 1-amino-4-bromo- o -4-ciano-bencen-2-carboxílico; bis-N,N-dimetilamida del ácido 1-aminobencen-2,5-dicarboxílico; bis-N,N-



- di-iso- o n-propil-amida del ácido 1-aminobencen-2,5-dicarboxílico, dipiperidida del ácido 1-aminobencen-2,5-dicarboxílico, éster metílico del ácido 5-carboxílico de la N,N-diethylamida, N,N-dimetilamida, N-metil-N-ciclohexilamida, N,N-diciclohexilamida, N-metil-N-fenilamida del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, N-fenilamida, N-[4'-metoxi]-fenilamida, N-metilamida, N-metil-N-ciclohexilamida, N-metil-N-fenilamida, N-bencilamida, N-[3'-cloro]-bencilamida o anida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, y fenilamida del ácido 5-carboxílico de la amida N,N-dimetilica del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, N-fenilamida del ácido 5-carboxílico de la amida N,N-diethylica del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, éster metílico del ácido 5-carboxílico de la morfolidina del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, así como la N-[3',6'-dicloro]-fenilamida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, N-[3',4',6'-tricloro]-fenilamida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, fenilamida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, N-[3',6'-dicloro]-fenilamida del ácido 5-carboxílico del éster etílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, N-[2'-metoxi]-fenilamida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, N-[2',5'-dimetoxi-4'-cloro]-fenilamida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, N-[2'-metil-4'-cloro]-fenilamida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico,



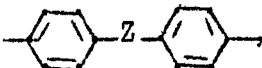
- N-[4'-bromo]-fenilamida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, N-[2'-cloro-5'-trifluorometil-]-fenilamida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, N-alfa-naftilamida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, N-[4'-cian]-fenilamida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, N-[2'-metilmercapto-5'-cloro]-fenilamida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, N-[4'-cloro]-fenilamida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, N-[2',4'-dicloro]-fenilamida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, N-[2',4'-dimetil]-fenilamida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico y N-etilamida del ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico.

20. Como radical de una amina, Y pertenece a la serie alifática o a la serie de los carbociclos aromáticos, que pueden estar condensados en uno o varios núcleos, o con otros carbociclos o heterociclos.

25. Como radical alifático, Y representa por ejemplo un grupo alquilénico con hasta 8 átomos de carbono y de preferencia con 2 a 6 átomos de carbono, como el radical dimetilénico, pentametilénico o hexametilénico, o significa un grupo cicloalquilénico, como por ejemplo el grupo ciclohexilénico (1,4).

Sin embargo Y significa en primer lugar un radical ari-



lénico mono- o dicíclico, es especial el radical fenilénico o también un radical naftilénico; además el radical de dos enlaces de fluoranteno, pireno y criseno, o el radical aromático de varios núcleos , en donde Z puede significar el enlace directo de carbono, o los grupos NH-CO-NH, S, O, NH, CH₂, CO, SO₂, SO₂NH, N=N, COO, CONH.

5.

Finalmente, Y también puede significar un radical heterocíclico, como un radical piridínico o también un radical heterocíclico tricíclico, por ejemplo el radical de dibenzofurano o carbazol.

10.

Todos los radicales mono- o dicíclicos o radicales aromáticos de varios núcleos o radicales heterocíclicos citados bajo Y pueden estar substituidos ulteriormente mediante substituyentes, como por ejemplo mediante halógenos, como cloro o bromo;

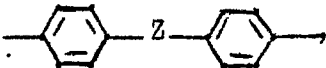
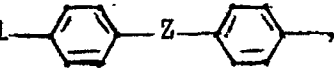
15.

grupos alquílicos o alcoxi con 3 átomos de carbono a lo sumo, como el grupo metílico, etílico o el grupo isopropílico, o los grupos metoxi o etoxi o grupos perhalógeno alquílicos, como el grupo trifluormetílico. Ventajosamente Y significa el radical

20.

meta-fenilénico o para-fenilénico, un radical meta-fenilénico o en especial para-fenilénico substituido mediante halógeno, grupos alquílicos o alcoxi, el radical naftilénico, el radical piridílico, un radical dibenzofurano substituido mediante halógeno, un radical difenilénico eventualmente substituido mediante grupos

25.

halogenoalquílicos, asimismo el radical , en donde Z significa O, CONH, SO₂NH, NHCONH, CO, CH₂, N=N, SO₂ o S, pero en especial el radical , en donde Z



significa O, CONH, SO₂ o CH₂.

Si Q significa en los componentes de copulación de la fórmula II un substituyente reemplazable por el grupo azo, se trata sobre todo del grupo -CH₂X, en el que X representa el ra-

5. dical $\begin{matrix} \diagup X_1 \\ -N \\ \diagdown X_2 \end{matrix}$, en el que X₁ representa hidrógeno o un grupo alquí-
lico y X₂ representa un grupo alquílico o X₁ y X₂ representan
junto con el átomo de nitrógeno un anillo heterocíclico de 5 o
6 miembros. Los dos grupos alquílicos citados bajo X₁ y X₂
muestran ventajosamente hasta 2 átomos de carbono. Q significa
10. ventajosamente hidrógeno.

El núcleo naftilénico de los componentes de copulación
de la fórmula II puede todavía contener otros substituyentes,
de preferencia en posición 6, como por ejemplo átomos de haló-
geno, como cloro, bromo o fluor; grupos alquílicos como el gru-
15. po metílico o etílico o grupos alcoxi, como el grupo metoxi o
etoxi.

- Las aminas de la fórmula I utilizables como componentes
diazocicos pueden prepararse según métodos conocidos. Por ejem-
plo se obtiene las amidas de ácido 5-carboxílico de ésteres de
20. ácido 1-aminobencen-2-carboxílico análogamente a la forma de tra-
bajo indicada en la patente alemana 1.199.905 mediante saponifi-
cación parcial del diéster de ácido 1-nitrobencen-2,5-dicarboxí-
lico para formar los ácidos 5-carboxílicos de éster de ácido 1-
nitrobencen-2-carboxílico y transformación de estos últimos en
25. los cloruros de ácido 5-carboxílicos de ésteres de ácido 1-nitro-

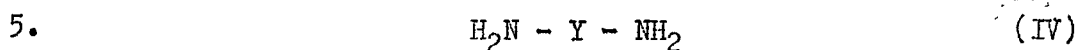


- bencen-2-carboxílico, reacción con una amina para formar las amidas de ácido 5-carboxílico de éster de ácido 1-nitrobencen-2-carboxílico y a continuación reducción de los compuestos nitro para formar las amidas de ácido 5-carboxílico de ésteres de ácido 1-
5. -aminobencen-2-carboxílico, mientras que se obtienen los ésteres de ácido 5-carboxílico de amida del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico o amidas de ácido 5-carboxílico de amidas de ácido 1-aminobencen-2-carboxílico, al saponificar parcialmente diamidas de ácido 1-nitrobencen-2,5-dicarboxílico con un equivalente de hidróxido potásico para formar los ácidos 5-carboxílicos de amida de ácido 1-nitrobencen-2-carboxílico, y éstas se transforman en los cloruros de ácido 5-carboxílico de amida de ácido 1-nitrobencen-2-carboxílico mediante por ejemplo cloruro de tionilo o pentacloruro de fósforo en un disolvente inerte eventualmente en
10. presencia de piridina y a continuación los cloruros de ácido 5-carboxílico de amida de ácido 1-nitrobencen-2-carboxílico se hacen reaccionar con un compuesto hidroxílico apropiado para formar ésteres de ácido 5-carboxílico de amida de ácido 1-nitrobencen-2-carboxílico o con aminas primarias y secundarias cualesquiera para formar las amidas de ácido 5-carboxílico de amida de ácido 1-nitrobencen-2-carboxílico, y se reduce mediante reducción catalítica los ésteres o amidas de ácido 5-carboxílico de amida del ácido 1-nitrobencen-2-carboxílico para formar los ésteres o amidas de ácido 5-carboxílico de amidas de ácido 1-aminobencen-2-carboxílico correspondientes.
- 15.
- 20.
- 25.

Los componentes de copulación de la fórmula II se obtie-



nen convenientemente mediante condensación de 2 equivalentes de ácido 2-hidroxi-naftalin-3-carboxílico, que eventualmente pueden estar substituidos ulteriormente, con un equivalente de un compuesto dianínico de la fórmula IV



en la que

- Y tiene la significación indicada bajo la fórmula II, en presencia de un agente de condensación, como por ejemplo tricloruro de fósforo, en un disolvente orgánico inerte, como por ejemplo tolueno, xileno, benceno, monoclorobenceno u o-diclorobenceno, o al transformar el ácido 2-hidroxi-naftalin-3-carboxílico eventualmente substituido con un agente halogenador ácido, de preferencia un agente clorador ácido, como cloruro de tionilo, en el haluro de ácido carboxílico correspondiente y éste se condensa con la dianina de la fórmula IV, convenientemente a temperatura elevada de 100-130° C, en un disolvente orgánico apropiado, como clorobenceno o tolueno, eventualmente en presencia de un agente ligador de ácido, como acetato sódico o piridina.

- Los componentes de copulación de la fórmula general II, en la que Q representa por ejemplo el grupo $-\text{CH}_2\text{X}$, se obtienen por ejemplo mediante condensación de un componente de copulación de la fórmula II, en la que Q significa hidrógeno, o ventajosamente de ácido 2-hidroxi-naftalin-3-carboxílico con formaldehído y una amina primaria o secundaria en forma y modo usuales y a continuación reacción del último producto de condensación como



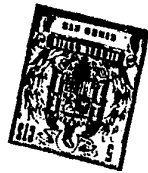
se describe en el párrafo precedente. En la copulación se expulsa el radical $-CH_2X$ mediante el grupo azoico. Tal copulación se realiza ventajosamente en medio ácido.

- Ejemplos para componentes de copulación de la fórmula II
5. son: omega,omega'-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-etano, omega,omega'-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-pentano, omega,omega'-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-hexano; omega,omega'-bis-(1-dimetilaninonetil-2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-pentano, omega,omega'-bis-(1-piperidinonetil-2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-
 10. -pentano, omega,omega'-bis-(1'-norfolinonetil-2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-pentano; 1,4-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-ciclohexano, 1,4-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-benceno, 1,4-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-2-cloro-benceno, 1,4-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-2-bromo-benceno, 1,4-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-2-metil-benceno, 1,4-bis-(2'-hidroxi-
 15. -(3')-naftoilamido)-2-metoxi-benceno, 1,4-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-2-metoxi-benceno, 1,4-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-2,5-dimetilbenceno, 1,4-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-2,5-dimetoxibenceno, 1,4-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-2,5-
 20. -dietoxibenceno, 1,4-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-2,5-dicloro-benceno; 1,5-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-naftalina; 2,8-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-criseno; 4,4'-bis-(2''-hidroxi-(3')-naftoilamido)-difenilo, -3,3'-dicloro, -3,3'-dimetoxi, -3,3'-bis-trifluorometil-difenilo; 4,4'-bis-(2''-hidroxi-(3')-naftoilamido)-difenilurea, éter 4,4'-bis-(2''-hidroxi-(3')-naftoilamido)-difenílico, sulfuro 4,4'-bis-(2''-hidroxi-(3')-naftoilami-
 - 25.



- do)-difenílico, 4,4'-bis-(2"-hidroxi-(3")-naftoilamido)-difenil-
anina, 4,4'-bis-(2"-hidroxi-(3")-naftoilamido)-difenilmetano,
4,4'-bis-(2"-hidroxi-(3")-naftoilamido)-difenilcetona, 4,4'-bis-
-(2"-hidroxi-(3")-naftoilamido)-difenilsulfona, 4,4'-bis-(2"-hi-
droxi-(3")-naftoilamido)-difenilsulfamida, 4,4'-bis-(2"-hidroxi-
5. -(3")-naftoilamido)-azobenceno, éster fenílico del ácido 4,4'-
-bis-(2"-hidroxi-(3")-naftoilamido)-benzoicos, fenilamida del
ácido 4,4'-bis-(2"-hidroxi-(3")-naftoilamido)-benzoico; 3,3'-
-bis-(2"-hidroxi-(3")-naftoilamido)-difenilsulfona, 2,7'-bis-(2"-
10. -hidroxi-(3')-naftoilamido)-dibenzofurano y 2,7-bis-(2'-hidroxi-
-(3')-naftoilamido)-dibenzocarbazol, 2,7-bis-(2'-hidroxi-(3')-
naftoilamido)-3,6-diclorodibenzofurano, así como 2,6-bis-(2'-hi-
droxi-(3')-naftoilamido)-piridina, y 1,3-bis-(2'-hidroxi-(3')-
-naftoilamido)-4-metilbenceno.

15. La copulación del compuesto de diazonio de una anina de
la fórmula I con el componente de copulación de la fórmula II
se efectúa según métodos usuales, convenientemente en medio áci-
do acético débil a una temperatura de 0° a aproximadamente 40°C
mediante instilación de una solución acuosoalcalina del compo-
20. nente de copulación en presencia de los agentes auxiliares usua-
les que favorecen la azocopulación, sobre la solución acuosa del
compuesto de diazonio, en donde mediante acción de fuerzas de
trituration se mantiene el grosor medio de las partículas del
componente de copulación difícilmente soluble en la mezcla de
25. copulación ácida y del colorante originado por debajo de 5 mi-
cras.



- Estas fuerzas de trituración se producen convenientemente mediante fricción, en especial mediante fricción mecánica de la dispersión en cuerpos sólidos. Para la realización práctica del procedimiento se utiliza como aparato para producir la fricción necesaria sobre todo molinos de bolas o molinos de arena,
5. agitadores de inducción, agitadores rápidos, que están equipados de preferencia con rotores y y estátors, pero también molinos de embudo con muelas, molinos de alta presión o aparatos de ultrasonidos.
10. Como agentes auxiliares, que favorecen la azocoplación, así como influyen favorablemente en forma eventual el grosor de partículas y forma cristalina del pigmento disazoico originado, pueden entrar sobre todo en consideración agentes de dispersión químicamente inertes, anionactivos, no ionógenos o cationactivos.
15. Como tales son en especial apropiados los alquilarilsulfonatos, como sulfonato dodecibencénico o ácido 1,1'-dinaftilmantan-2,2'-disulfónico, productos de adición de óxido polialquilénico de más de un equivalente de óxido alquilénico, en especial óxido etilénico, por ejemplo en alcoholes grasos superiores o
20. ácidos grasos, o también cloruro laurildimetilbencilanónico. Además pueden entrar asimismo en consideración resinas o jabones de resina, por ejemplo a base de colofonia, coloides protectores, como caseina o metilcelulosa, aceites y plastificantes, por último asimismo disolventes orgánicos inertes miscibles en agua,
25. como ácido acético, etanol, éter monometílico de etilenglicol, acetona, dimetilformamida, trietanolamina o piridina, o dosis



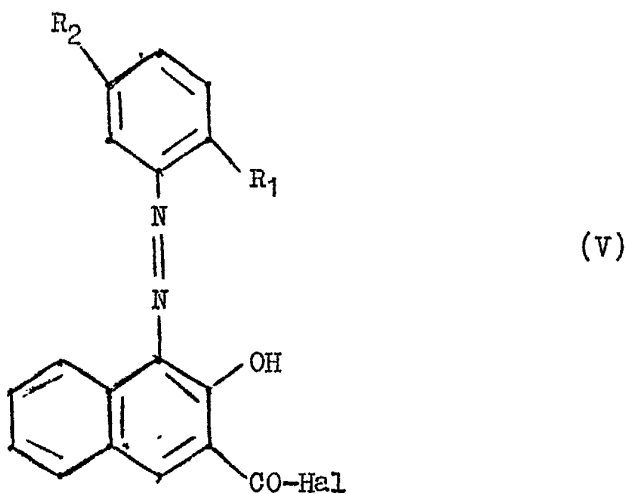
relativamente pequeñas de disolventes orgánicos no miscibles en agua, como tolueno, clorobenceno, nitrobenzeno, tetracloruro de carbono o tricloroetileno. Además pueden entrar en consideración como materias de adición, substratos incoloros, sólidos,

5. como sulfato de bario o hidrato de aluminio.

Los nuevos pigmentos disazoicos precipitan inmediatamente tras la copulación de la mezcla reaccional. Se aíslan en forma usual mediante filtración y lavado y en caso deseado se purifican.

10. Una variante del procedimiento según la invención consiste en que se condensa dos equivalentes de un haluro de ácido carboxílico de colorante monoazoico de la fórmula general V

15.



20.

con un equivalente de un compuesto dianínico de la fórmula general IV

25.





- para formar un pigmento disazoico de la fórmula general III, en cuyas fórmulas R_1 , R_2 e Y tienen la significación indicada bajo las fórmulas I y II y Hal significa bromo o en especial cloro y en donde los materiales de partida de las fórmulas IV y V se eligen de forma que los pigmentos disazoicos de la fórmula III no contengan grupos acuosolubles o grupos formadores de sal.
- 5.

- Los haluros de ácido carboxílico de colorante monoazoico utilizados como materias de partida de la fórmula V, se obtienen por ejemplo mediante tratamiento de los ácidos carboxílicos de colorante monoazoico obtenidos y secos correspondientes, mediante copulación del compuesto de diazonio de aninas de la fórmula I con ácidos 2-hidroxi-naftalin-3-carboxílicos, con agentes halogenantes ácidos. Bajo agentes halogenantes ácidos son de comprender aquellos que son aptos para transformar ácidos carboxílicos en sus haluros de ácido carboxílico, por ejemplo en los bromuros o cloruros, así en especial haluros de fósforo, como pentabromuro de fósforo, tricloruro de fósforo o pentacloruro de fósforo, oxihaluros de fósforo, como oxiclорuro de fósforo, sin embargo de preferencia cloruro de tionilo. El tratamiento con tales agentes halogenantes ácidos se efectúa convenientemente en disolventes orgánicos indiferentes, como en hidrocarburos eventualmente halogenados o nitrados, por ejemplo en benceno, tolueno, xileno, mono- o diclorobencenos, nitrobenceno, eventualmente en presencia de dosis catalíticas de dietilformamida. Para la preparación en especial de pigmentos disazoicos puros puede ser ventajoso precipitar primero los cloruros de áci-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



do carboxílico obtenidos de la fórmula V y recristalizarlos eventualmente. En muchos casos también es posible desistir a un aislado de los haluros de ácido carboxílico y realizar inmediatamente a continuación la condensación con el compuesto diamínico de la fórmula V en una fase operatoria.

Diaminas apropiadas de la fórmula IV, que se utilizan según la invención, son por ejemplo:

10. 1,4-diaminobenceno; 1,4-diamino-2-clorobenceno; 1,4-diamino-2-bromo-benceno; 1,4-diamino-2-metil-benceno; 1,4-diamino-2-metoxi-benceno; 1,4-diamino-2,5-dicloro-benceno; 1,4-diamino-2,5-dimetil-benceno; 1,4-diamino-2,5-dimetoxibenceno; 1,4-diamino-2,5-dietoxi-benceno; 1,3-diamino-4-metil-benceno; 4,4'-diamino-difenilo; 4,4'-diamino-3,3'-dicloro-difenilo; 4,4'-diamino-3,3'-bis-tri-fluormetil-difenilo; 4,4'-diamino-3,3'-di-metoxi-difenilo;
15. 1,4-diamino-ciclohexano; 1,2-diaminoetano; 1,5-diamino pentano; 1,6-diaminohexano; 3,3'-diamino-difenilsulfona; 4,4'-diamino-difenilcetona; 4,4'-diamino-difenil-urea; éter 4,4'-diamino-difenílico; 4,4'-diamino-difenilamina; 4,4'-diamino-difenilmetano; 4,4'-diamino-difenilsulfona; sulfuro 4,4'-diamino-difenílico;
20. N-fenilamida del ácido 4,4'-diamino-bencensulfónico; N-fenilamida del ácido 4,4'-diamino-benzoico; 4,4'-diamino-azobenceno; éster fenílico del ácido 4,4'-diamino-benzoico; 1,5-diamino-naftalina; 2,8-diamino-criseno; 2,6-diaminopiridina; 2,7-diamino-dibenzofurano; 2,7-diamino-3,6-dicloro-dibenzofurano y
25. 2,7-diamino-carbazol.

La condensación de los haluros de ácido carboxílico de



colorante monoazico de la fórmula V se efectúa convenientemente con las dianinas de la fórmula IV bajo utilización de un exceso del primero y con ventaja en un disolvente orgánico exento de agua. Bajo estas condiciones se efectúa la condensación en general en forma sorprendentemente fácil y ya a temperaturas, que se encuentran en la zona de ebullición de disolventes orgánicos usuales, como dimetilformamida, tolueno, monoclorobenceno o diclorobenceno, nitrobenzoceno y similares. Para acelerar la condensación se recomienda en general eliminar durante la reacción los hidrácidos formados, lo que se realiza por ejemplo mediante destilación continua, ebullición bajo reflujo o mediante adición de un agente ligador de ácido, como por ejemplo acetato sódico exento de agua, piridina o urea exenta de agua.

5. El aislado de los nuevos pigmentos disazoicos de la fórmula III se efectúa en forma y modo usual, en especial mediante filtración.

10. Los nuevos pigmentos disazoicos se obtienen en su mayoría en muy buen rendimiento. Para ciertos objetos es utilizado directamente el pigmento bruto; sin embargo también puede todavía mejorarse en sus propiedades, en especial referentes a pureza y forma, según métodos de por sí conocidos, por ejemplo mediante cristalización o extracción con disolventes orgánicos o mediante molienda con agentes auxiliares de molienda eliminables a continuación, por ejemplo sales.

20. Los nuevos pigmentos disazoicos obtenibles según la in-

25.



- vención poseen muy buenas propiedades de solidez, como en especial buena solidez a la migración, al calor, al sobrelaqueado, a la luz y a la intemperie, y se caracterizan por ello por tonos de color puros y elevada intensidad de color. Son apropiados para pigmentar material polímero orgánico, en especial para pigmentar materiales plásticos como de polietileno, poliestireno, cloruro de polivinilo, en especial cloruro polivinílico duro, y en general se caracterizan por solidez especialmente buena a la luz y a la migración. También pueden usarse para otros
5. objetos de utilización, por ejemplo finamente dividida para pigmentar resinas endurecibles, de ésteres de celulosa, en especial también para la tinción de masas de hilatura de viscosa o seda de acetato, así como para la estampación por pigmento y el fulardeo de textiles. Además son apropiados para pigmentar colores de imprenta para la industria gráfica, sobre todo para la impresión de papel, pero también para la tinción de masas de papel y en forma completamente general para el recubrimiento de papel. Como zonas de utilización pueden entrar en consideración por ejemplo: impresión de envases o de carteles, la estampación o recubrimiento de papel pintado y de papel coloreado o la preparación de láminas de papel. Sin embargo los pigmentos también pueden utilizarse en colores para pinturas a base de aceite como pinturas al aceite de linasa, o bien de base acuosa, como colores de dispersión, en barnices de diferentes clases, como por
10. ejemplo en nitrobarnices, barnices al fuego o barnices de resinas alquílicas.
- 15.
- 20.
- 25.



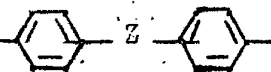
Los nuevos pigmentos disazoicos tiñen estos materiales en tonos de color pardos, burdeos hasta rojos, en mucha buena intensidad de color y solidez a la luz. La elevada intensidad de color permite la obtención de impresiones intensamente coloreadas y por lo tanto películas de impresión delgadas homogéneas lo que es sumamente valioso para la industria gráfica. En la utilización de los nuevos pigmentos apropiados para la impresión gráfica son de citar además la pureza total y la transparencia de las impresiones. La transparencia es asimismo muy deseada en la tinción de masa de hilatura de seda artificial. Además son muy buenas la solidez a los aceites y disolventes de los nuevos pigmentos disazoicos.

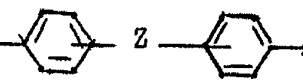
Frente a los pigmentos inmediatamente comparables, los nuevos pigmentos disazoicos muestran la ventaja de una mejor solidez a la luz y a la migración.

En los pigmentos disazoicos de la fórmula III, según la invención, especialmente valiosos, R_1 significa un grupo de éster alquílico inferior de ácido carboxílico, en especial el grupo de anida de ácido carboxílico substituida, ventajosamente un grupo de anida de ácido carboxílico, en la que un átomo de hidrógeno es reemplazado por un grupo alquílico inferior o un radical arílico eventualmente substituido en especial el radical fenílico o el radical aralquílico e Y representa el radical meta-fenilénico o ventajosamente el radical para-fenilénico, un radical meta-fenilénico o en especial para-fenilénico substituido mediante halógeno, grupos alquílicos o alcoxi, el radical naftilénico,



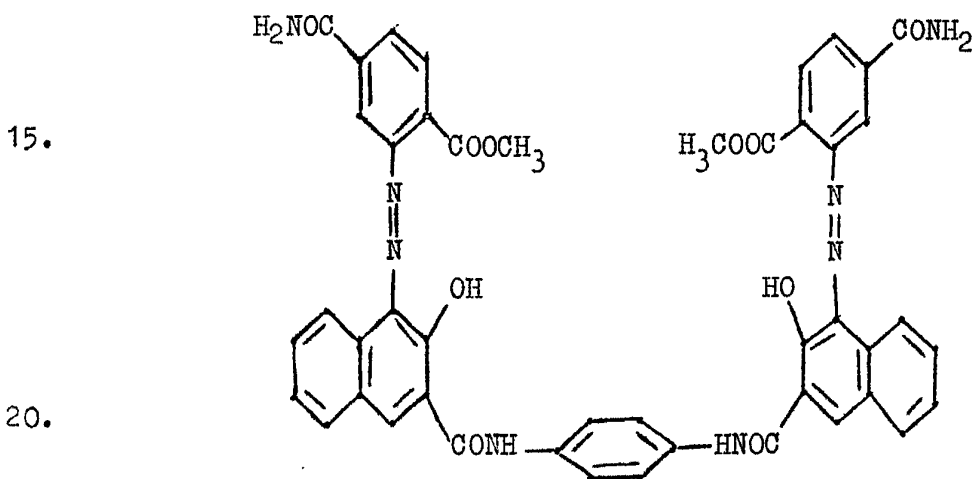
el radical piridílico, un radical de dibenzofurano substituido mediante halógeno, un radical difenilénico substituido mediante

grupos halogenoalquílicos, así como el radical  en donde Z significa O, CONH, SO₂NH, NHCONH, CO, CH₂, N=N, SO₂

5. o S y ventajosamente el radical  en donde Z representa O, CONH, SO₂ o CH₂, de lo que pueden prepararse materias sintéticas, además también lacas o colores para pinturas y colores para impresión anaranjados, rojos, burdeos o bien pardos de muy buena intensidad de color y solidez a la luz.

10. Los ejemplos siguientes ilustran la invención. En ellos las temperaturas se indican en grados Celsius.

EJEMPLO 1



25. 10,7 gramos de la anida de ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico se agregan en 150 cc de agua, que contiene 15 cc de ácido clorhídrico 10-n y 20



- gramos de una solución acuosa al 5% del producto de reacción de 18 a 20 moles de óxido de etileno sobre alcohol estearílico; la mezcla se agita luego durante 2 horas a temperatura ambiente, luego se trata con 350 cc de agua helada y se diazoa a 0-5^o mediante rápida caída de 55 cc de una solución de nitrito sódico 1-n. Luego se origina una solución clara, el ácido nitroso en exceso se descompone mediante adición de ácido sulfámico sólido, luego se trata la solución con 23 cc de solución de acetato sódico 2-n y 10 cc de xileno y a continuación se adiciona a gotas en el término de 10 minutos, bajo fuerte agitación mediante un agitador rápido a la solución de sal de diazonio presente, una solución de 11,2 gramos de 1,4-bis-(2'-hidroxi-(3')-naftoilamido)-benceno en 38 cc de lejía de sosa 2-n, 20 cc de etanol 190 cc de agua. Tras finalizar la adición del componente de copulación se separa el agitador rápido y luego se agita la mezcla reaccional mediante un agitador de inducción a temperatura ambiente hasta que finaliza la copulación. Luego el pigmento diazoico formado se filtra, se lava a fondo con agua, se seca a 100^o y se pulveriza.
20. Así se obtienen 21,4 gramos de un pigmento bruto de la fórmula precedente, que es apropiado de preferencia para pigmentar cloruro polivinílico conteniendo plastificantes en tonos de color rojo amarillentos sólidos a la migración.
25. 35,0 gramos de este pigmento bruto se introducen en 145 cc de dimetilanilina seca, se agita durante 6 a 7 horas a una temperatura de 180-190^o, el pigmento finamente cristalino forma-



do se filtra a una temperatura de 110-120° y el género del filtro se lava con dimetilanilina calentada a 100°, hasta que por último es incoloro. Luego se expulsa la dimetilanilina de la torta del filtro mediante lavado con metanol y el pigmento blanco granuloso se seca a aproximadamente 100°. Con este pigmento condicionado se obtienen pigmentaciones rojo amarillentas intensamente teñidas de cloruro polivinílico conteniendo plastificantes que todavía muestran una solidez algo mejor que aquellas que se obtienen con el pigmento bruto, en especial una muy buena solidez a la migración, al calor y a la luz. Las pigmentaciones de barnices al fuego rojo amarillentas, puras preparadas con este pigmento mejorado son de muy buena solidez al sobrelaqueado y a la intemperie.

Si se utiliza en lugar de la amida de ácido 5-carboxílico del éster metílico del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico una dosis equimolar de amida de ácido 4-bromocarboxílico o de ácido 4-cian-5-carboxílico de éster metílico del ácido aminobencen-2-carboxílico y se procede en forma usual como se indica en este ejemplo, se obtiene pigmentos disazoicos con propiedades similarmente valiosas.

También se puede obtener pigmentos disazoicos con propiedades similares partiendo de dosis equivalentes de componentes de copulación correspondientes, que contienen en posición 1' en lugar de hidrógeno un grupo dimetilaminometílico, un grupo dietilaminometílico un grupo piperidinometílico o un grupo morfolinometílico.



Si se substituye en el ejemplo precedente los 10,7 gramos de amida de ácido 5-carboxílico de éster metílico del ácido 1-amino-bencen-2-carboxílico mediante dosis equimolares de uno de los componentes diazoicos indicados en la columna II de la Tabla I siguiente y se purifica bajo las condiciones descritas en este ejemplo con dosis equivalentes de uno de los componentes de copulación indicados en la columna III, se obtiene pigmentos disazoicos con propiedades similarmente valiosas, cuyos tonos de color que se obtienen mediante laminado del pigmento en lámina de cloruro de polivinilo, se indican en la columna IV de la Tabla.

TABLA I

I	II		III		IV
	Componente diazoico		Componente de copulación		
Nº					Tono de color de la lámina de PVC pigmentada
	R2	R1	Y	Z	
2	-CONH-	-CCOCH ₃		H	anaranjado
3	-CONH ₂	id		H	pardo



Tabla I (continuación)

I Nº	II Componente diazoico		III Componente de copulación		IV Tono de color de la lámina de PVC pigmentada
	R ₂	R ₁	Y	Z	
4	-CONHCH ₃	-CCOCH ₃		H	rojo
5		id		OCH ₃	rojo amarillento
6		id		H	rojo pardoso
7		-COOCH ₃		H	rojo
8		id	id	H	rojo
9		id		H	rojo



Tabla I (continuación)

I Nº	II		III		IV Tono de color de la lámina de PVC pigmentada
	Componente diazoicos		Componente de copulación		
	R ₂	R ₁	Y	Z	
10		id		H	rojo
11		id		H	rojo
12		id		H	burdeos
13		-COOC ₂ H ₅		H	rojo
14		-COOCH ₃		H	rojo



Tabla I (continuación)

I	II		III		IV
Nº	Componente diazoico		Componente de copulación		Tono de color de la lámina de PVC pigmentada
	R ₂	R ₁	Y	Z	
15		-COOCH ₃		H	rojo
16	id	id		H	rojo
17		-COOCH ₃		H	rojo
18		id		H	rojo pardo
19		id		H	rojo



Tabla I (continuación)

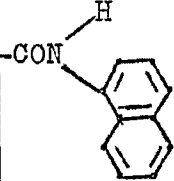
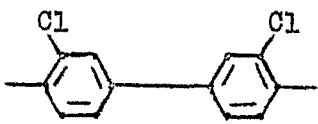
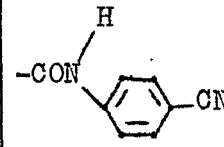
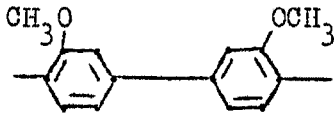
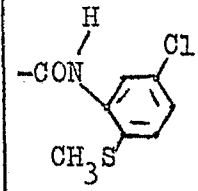
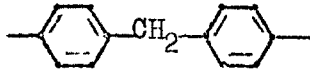
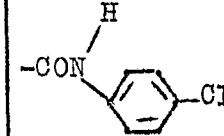
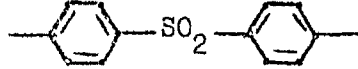
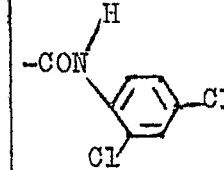
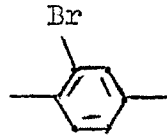
I	II		III		IV
Nº	Componente diazoico		Componente de copulación		Tono de color de la lámina de PVC pigmentada
	R ₂	R ₁	Y	Z	
20		-COOCH ₃		H	rojo
21		id		H	rojo
22		id		H	rojo
23		id		H	rojo
24		id		H	rojo

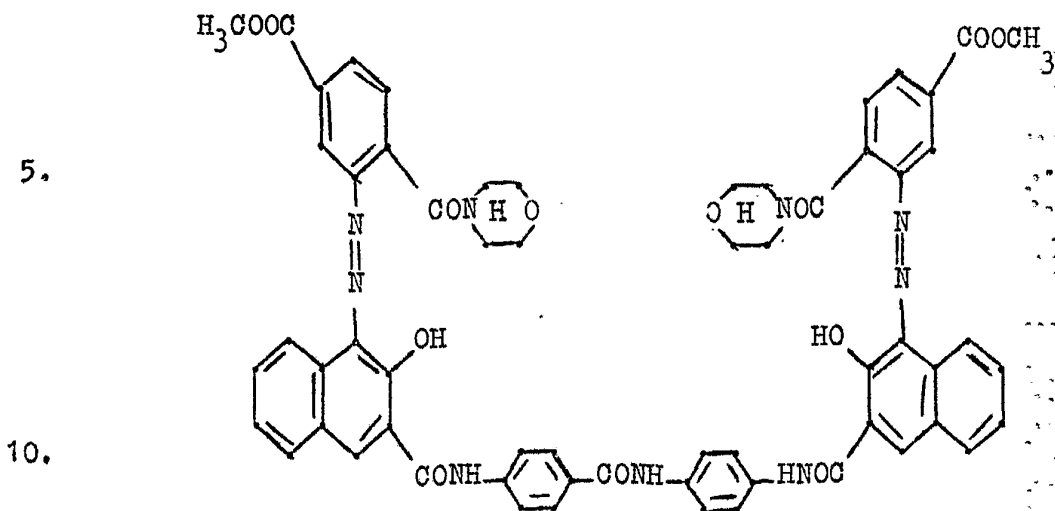


Tabla I (continuación)

I	II		III		IV
Nº	Componente diazoico		Componente de copulación		Tono de color de lámina de PVC pigmentada
	R ₂	R ₁	Y	Z	
25		-COOCH ₃		H	rojo
26	id	id		H	rojo
27		id		H	rojo
28		id		H	rojo
29		id		H	rojo



EJEMPLO 30



14,5 gramos de éster metílico del ácido 5-carboxílico de la morfolido del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico se introducen en 150 cc de agua, que contiene 15 cc de ácido clorhídrico 10-n y 20 gramos de una solución acuosa al 5% de un producto reaccional de 18 a 20 moles de óxido de etileno sobre alcohol estearílico; la mezcla se agita luego durante 2 horas a temperatura ambiente, a continuación se trata con 350 cc de agua helada y se diazoa a 0-5° mediante rápida caída de 55 cc de una solución de nitrito sódico 1-n. Después que se origina una solución clara, se descompone el ácido nitroso excedente mediante adición de ácido sulfamínico sólido, luego la solución se trata con 23 cc de solución de acetato sódico 2-n y 10 cc de xileno y a continuación se introduce a gotas en el término de 10 minutos,



- bajo fuerte agitación mediante un agitador rápido, en la solución de sal de diazonio presente, una solución de 14,2 gramos de 4,4-bis-(2"-hidroxi-(3")-naftoilamido)-benzanilida en 38 cc de lejía de sosa 2-n, 20 cc de etanol y 190 cc de agua. Tras finalizar la adición del componente de copulación se elimina el agitador rápido y luego se agita la mezcla reaccional mediante un agitador de inducción a temperatura ambiente hasta que finaliza la copulación. Después se filtra el pigmento disazoico formado, se lava a fondo con agua, se seca a 100° y se pulveriza.
- 5.
10. Así se obtienen 27,9 gramos de un pigmento bruto de la fórmula precedente, que es apropiado de preferencia para pigmentar cloruro polivinílico conteniendo plastificantes en tonos de color rojo sólidos a la migración.
15. El éster metílico del ácido 5-carboxílico de la morfólida del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico utilizado en este ejemplo se obtiene al saponificar parcialmente dimorfólida del ácido 1-nitrobencen-2,5-dicarboxílico con un equivalente de óxido potásico en alcohol para formar ácido 5-carboxílico de la morfólida del ácido 1-nitrobencen-2-carboxílico y por último al hacer
20. reaccionar el cloruro de ácido correspondiente con cloruro de tionilo. A continuación la esterificación con metanol da el éster metílico del ácido 5-carboxílico de la morfólida del ácido 1-nitrobencen-2-carboxílico, que se transforma tras reducción catalítica en el éster metílico del ácido 5-carboxílico de la
25. morfólida del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico.



- 15,0 gramos de este pigmento rojo se introducen en 145 cc de dimetilanilina seca, se agita durante 6 a 7 horas a una temperatura de 180-190°, el pigmento finamente cristalino formado se filtra a una temperatura de 110-120° y el género del
5. noche se lava con dimetilanilina calentada a 100°, hasta que por último es incolora. Luego se expulsa la dimetilanilina de la torta del filtro mediante lavado con metanol y se seca el pigmento blando granuloso a aproximadamente 100°. Las pigmentaciones rojas intensamente teñidas de cloruro polivinílico conteniendo plastificante obtenidas con este pigmento condicionado
10. muestran solidez un poco mejor que aquellas, que se obtienen con el pigmento bruto, en especial una muy buena solidez al calor, a la migración y a la luz. Las pigmentaciones rojas, puras de barnices al fuego, preparadas con este pigmento mejorado
15. son de muy buena solidez al sobrelaqueado y a la intemperie.

- Si se substituye en el ejemplo precedente, los 14,5 gramos de éster metílico del ácido 5-carboxílico de la morfólida del ácido 1-aminobencen-2-carboxílico por dosis equivalentes de uno de los componentes diazoicos indicados en la columna II de
20. la siguiente Tabla II y se purifica bajo las condiciones descritas en este ejemplo con dosis equivalentes de uno de los componentes de copulación indicados en la columna III, se obtiene pigmentos disazoicos con propiedades similarmente valiosas, cuyos tonos de color, que se obtienen mediante laminado del pigmento en láminas de cloruro de polivinilo, se indican en la
25. columna IV de la Tabla.

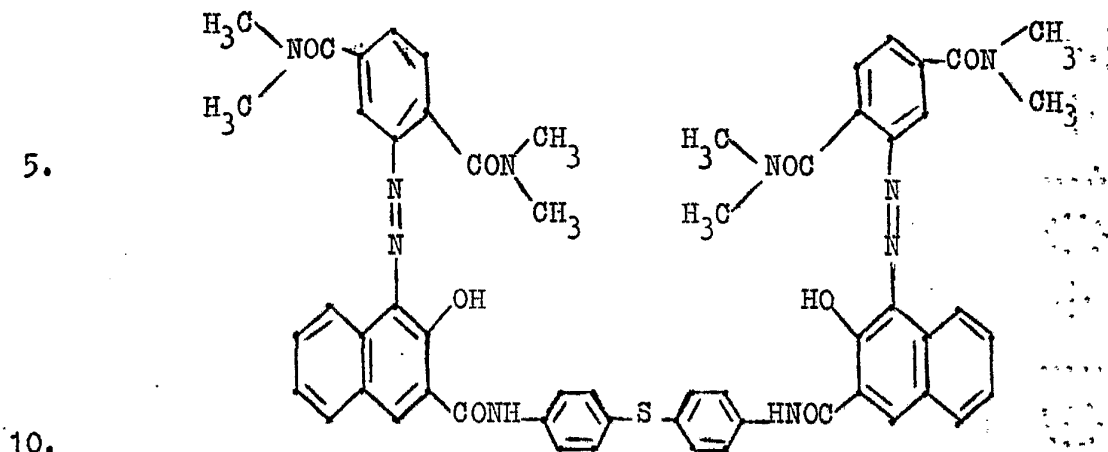


TABLA II

I	II		III		IV	
Nº	Componente diazoico		Componente de copulación		Tono de color de la lámina de PVC pigmentada	
	R ₂	R ₁	Y	Z		
31	-COOCH ₃				H	rojo
32	id				Cl	rojo amarillento
33	id				H	rojo azulado
34	id				H	rojo parduzco



EJEMPLO 35



15. 41,8 gramos del producto de copulación de bis- N,N' -dimetilamida del ácido 2-aminotereftálico diazoada y ácido 2-hidroxí-3-naftoico se suspenden en 750 cc de clorobenceno seco. Se destila hasta deshidratación total 100 cc de clorobenceno y se adiciona a la suspensión en el término de 5 minutos a 60° , 14,4 gramos de cloruro de ticonilo destilado sobre aceites de linaza.

20. La mezcla reaccional se mantiene durante 5 minutos hirviendo, se filtra a temperatura de ebullición el cloruro de ácido carboxílico de colorante monoazoico precipitado, se lava con un poco de clorobenceno seco y se seca a 70° en vacío. Se obtiene el cloruro de ácido carboxílico citado en forma de cristales rojizos claros.

25. 21,85 gramos de este cloruro de ácido carboxílico de colorante monoazoico se suspenden en 500 cc de tolueno seco. A temperatura de ebullición (108°) se introduce en la suspensión 5,4



- gramos de tioéter 4,4'-diaminodifenílico seco y se enjuaga con 80 cc de tolueno seco. Se efectúa la condensación para formar el pigmento disazoico. La mezcla reaccional se mantiene en el punto de ebullición durante 20 a 24 horas hasta finalizar la generación del ácido clorhídrico, el pigmento separado por cristalización, formado se filtra de la suspensión caliente, se lava con tolueno caliente hasta que este último es incoloro y se seca el género del nuche a 70° en vacío.
- 5.
- Se obtiene un polvo de pigmento rojo claro, que puede mejorarse ulteriormente según las indicaciones del Ejemplo 1.
- 10.
- La bis-N,N-dimetilamida del ácido 2-aminotereftálico utilizada se obtiene al condensar dicloruro del ácido nitrotereftálico con dimetilamina y reducir el compuesto nitro obtenido.
- 15.
- Si se substituye en el ejemplo precedente los 21,85 gramos del cloruro de ácido mediante dosis equimolar de los cloruros de ácido indicados en la columna II de la siguiente Tabla III y se condensa bajo las condiciones descritas en este ejemplo con dosis equivalentes de las diaminas indicadas en la columna III, se obtiene pigmentos disazoicos con propiedades similares valiosas, cuyos tonos de color, que se obtienen mediante laminado del pigmento en láminas de cloruro de polivinilo, se indican en la columna IV de la Tabla.
- 20.



TABLA III

I	II	III	IV
Nº	Cloruro de ácido	Diamina	Tono de color de la lámina de PVC pigmentada
36			<p>rojo</p>
37			<p>rojo</p>



Tabla III (continuación)

I	II	III	IV
Nº	Cloruro de ácido	Diamina	Tono de color de la lámina de PVC pigmentada
38		$\text{H}_2\text{N} - (\text{CH}_2)_5 - \text{NH}_2$	<p>rojo</p>
39			<p>rojo</p>



EJEMPLO 40

- Una mezcla estabilizada de
5. 67 gramos de cloruro polivinílico (Hostalit C 270, polimerizado de suspensión [valor K = 70] de la Farbwerke Höchst, Alemania),
- 33 gramos de ftalato dioctílico,
- 2 gramos de dilaurato dibutilestánnico,
- 0,3 gramos de sal de sodio y bario de un éster alquílico ácido del ácido fosfórico, por ejemplo FERROCLERE 541 A ^(R) (Pure Chemicals Ltd. Plastics Division, Inglaterra) como estabilizador a la luz,
10. 2 gramos de dióxido de titanio y
- 0,65 gramos de pigmento disazoico según el Ejemplo 1, párrafo 3,
15. se elabora sobre una mezcladora de cilindros a 160° y a continuación se extiende para formar una lámina de 0,4 milímetros de espesor. La tinción rojo amarillenta pura es de muy buena solidez a la migración, al roce, al calor y en especial a la luz.

EJEMPLO 41

20. Una mezcla estabilizada de
- 100 gramos de cloruro polivinílico (Hostalit C 260, polímero de suspensión, valor K = 60, de la Farbwerke Höchst Alemania),
- 1,5 gramos de un estabilizador de bario y cadmio (Advastab BC



- 26, German Advance GmbH),
- 0,5 gramos de un estabilizador a base de compuestos fosfóricos orgánicos (Advastab CH 300, German Advance GmbH),
5. 3,0 gramos de un aceite de soja apoxidado (Advaplast 39, German Advance GmbH),
- 5,0 gramos de dióxido de titanio (dióxido de titanio RN 56 de la Titangesellschaft GmbH, Leverkusen, Alemania), y
10. 0,5 gramos de pigmento disazoico según el Ejemplo 1, párrafo 3,

se plastifican a una temperatura de 180° sobre una mezcladora de cilindros y luego se prensa seguidamente durante 5 minutos a una temperatura de 200° para formar una placa de aproximadamente 1 milímetro de espesor. La tinción roja amarillenta se caracteriza por solidez a la luz.

15.

EJEMPLO 42

- Un barniz al fuego de
20. 20 gramos de dióxido de titanio (dióxido de titanio tipo RN 57 de la Titangesellschaft GmbH, Leverkusen, Alemania)
- 40 gramos de una solución al 60° de una resina alquídica de coco (poliester mixto de ácido graso de aceite de coco, ácido ftálico y pentaeritrato) en xileno,



- 24 granos de una solución al 50% de una resina de melamina (Superbeckamin 852 de la Reichhold Chemie, Hamburgo) en butanol,
- 8 granos de xilenio,
5. 7 granos de éter monometílico de etilenglicol, y
- 1 gramo del pigmento disazoico según el Ejemplo 1, párrafo 3,

se muele finamente en un molino de bolas, se rocía sobre una lámina de aluminio, se deja secar y a continuación se cuece durante 30 minutos a 120°.

10.

La tinción rojo amarillenta pura es de muy buena solidez a la luz, a la intemperie, al sobrelaqueado y al calor.

EJEMPLO 43

A partir de

15. 10 granos de pigmento disazoico según el Ejemplo 1 (pigmento bruto o mejorado)
- 30 granos de hidrato de alumina y
- 60 granos de un barniz de estampación preparado a base de aceite de linaza y barniz litográfico se prepara sobre una laminadora de tres cilindros un color para impresión gráfica. La impresión con ello obtenida en procedimiento tipográfico se caracteriza por un matiz rojo amarillento óptimo y muy buena solidez a la luz, a los disolventes y al sobrelaqueado.
- 20.



EJEMPLO 44

- Una mezcla de
- 25 gramos de cloruro polivinílico (VESTOLIT B 7021 de la
Chemischen Werke Hüls, Alemania),
5. 25 gramos de cloruro polivinílico (VESTOLIT E 8001 de la
Chemischen Werke Hüls, Alemania),
- 32 gramos de ftalato dioctílico,
- 1 gramo de dilaurato dibutilestánnico,
- 0,25 gramos de sal de sodio y bario de un éster alquílico áci-
do del ácido fosfórico, por ejemplo FERROCLERE 541
10. A [®] (Pure Chemicals Ltd., Plastics Division, In-
glaterra) como estabilizador a la luz,
- 6 gramos de creta de champagne,
- 10,75 gramos de sangajol [(mezcla de hidrocarburos alifáticos
con una zona de ebullición de 130-200° y un índi-
ce de evaporación de 81 (éter = 1)] y
15. 0,5 gramos de pigmento disazoico según el Ejemplo 1. (pigmen-
to bruto o mejorado),
- se muelen en un molino de bolas para formar una pasta.
20. Con esta pasta se recubre un tejido de lino y el tejido
se calienta luego a aproximadamente 160-180°. Este procedimien-
to se repite todavía dos veces.
- Asi se obtiene un cuero artificial teñido de rojo amari-
lento homogéneo con solidez a la luz elevada, así como buena
25. solidez a la migración y al roce de la pigmentación.

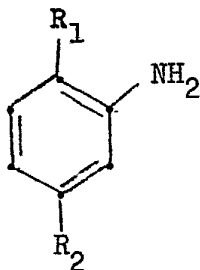


N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente suiza núm. 9888/67 del 11.7.67.

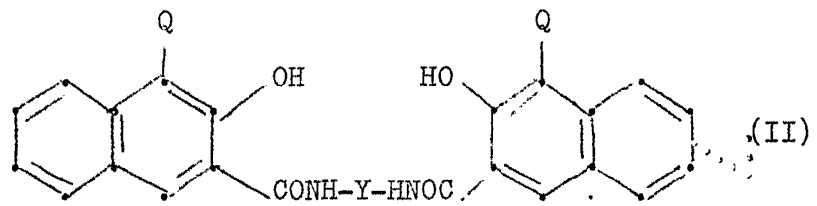
5. 1. Procedimiento para la preparación de pigmentos disazoicos, caracterizado porque se copula 2 equivalentes del compuesto de diazonio de una amina de la fórmula general I

10.

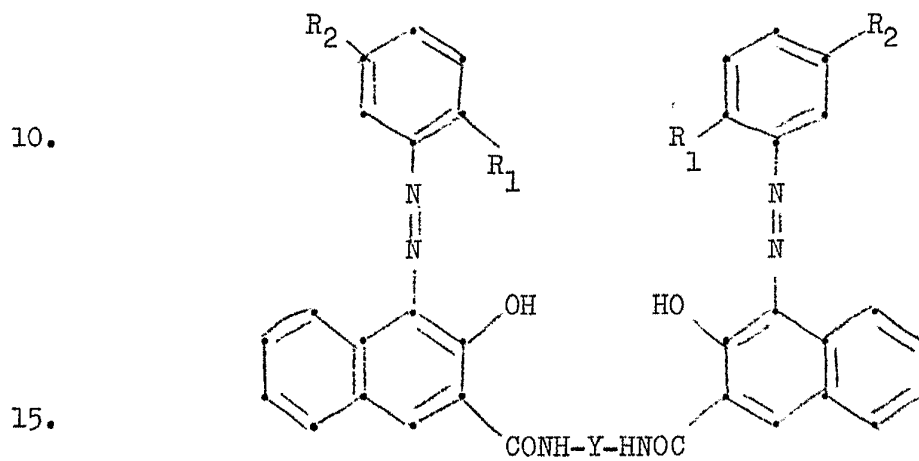


(I)

15. con un equivalente de un componente de copulación de la fórmula general II



para formar un pigmento disazoico de la fórmula general: FII



en cuyas fórmulas

R_1 significa un grupo de éster de ácido carboxílico

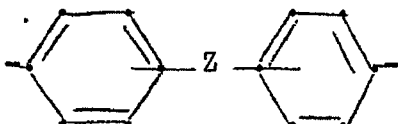


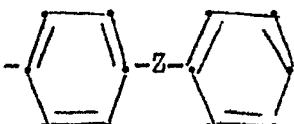
- o un grupo de amida de ácido carboxílico N,N-disubstituido,
5. R_2 significa el grupo de amida de ácido carboxílico o un grupo de amida de ácido carboxílico N-monosubstituido o N,N-disubstituido, y en caso de que R_1 signifique un grupo de amida de ácido carboxílico N,N-disubstituido, también un grupo de éster de ácido carboxílico,
10. Y significa el radical de una diamina y Q significa hidrógeno o un substituyente reemplazable por el grupo azoico,
- y en donde las materias de partida de la fórmula I y II se eligen de forma que el pigmento disazoico de la fórmula III nocontenga grupos acuosolubles o grupos formadores de sal.
15. 2. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza una amina de la fórmula I, en la que R_1 significa un grupo de éster alquílico inferior de ácido carboxílico, y R_2 significa un grupo de amida de ácido carboxílico eventualmente substituida.
20. 3. Procedimiento, según la reivindicación 2, caracterizado porque se utiliza una amina de la fórmula I, en la que R_2 significa un grupo de amida de ácido carboxílico, en el que se reemplaza un átomo de hidrógeno mediante un grupo alquílico inferior, un radical arílico o aralquílico eventualmente substituido.
- 25.



4. Procedimiento, según las reivindicaciones 2 y 3, caracterizado porque R_1 significa un grupo de éster metílico de ácido carboxílico y R_2 significa un grupo de amida de ácido carboxílico, en el que se reemplaza un átomo de hidrógeno mediante un radical fenílico eventualmente substituido.
- 5.

5. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza un componente de copulación de la fórmula II, en la que Y significa el radical m-fenílico o p-fenílico, un radical m-fenílico o p-fenílico substituido mediante halógeno, grupos alquílicos o alcoxi, el radical náfílenico, el radical piridílico, un radical de dibenzofurano substituido mediante halógeno, un radical difenílico substituido eventualmente mediante grupos halogenoalquílicos, así
- 10.

15. como el radical  , en donde Z significa O, CONH, SO_2NH , NHCONH, CO, CH_2 , N=N, SO_2 o S y Q significa hidrógeno.

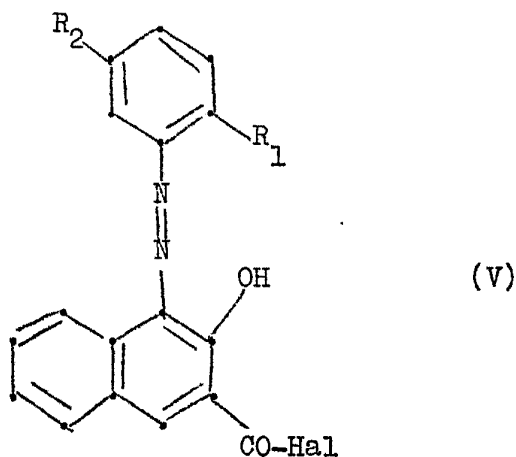
6. Procedimiento, según las reivindicaciones 4 y 5 caracterizado por Y representa un radical p-fenilénico eventualmente substituido mediante halógeno, grupos alquílicos inferiores o alcoxi inferiores, o el radical 
- 20.
25. en donde Z significa O, CONH, SO_2 o CH_2



7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, que en una variante de realización se caracteriza porque se condensa dos equivalentes de un haluro de ácido carboxílico de colorante monoazoico de la fórmula general V

5.

10.



con un equivalente, de un compuesto diamínico de la fórmula general IV

15.



para formar un pigmento disazoico de la fórmula general III, en cuyas fórmulas R_1 , R_2 e Y tienen la significación indicada bajo las fórmulas I y II y Hal significa cloro o bromo, y en donde los materiales de partida de las fórmulas IV y V

20.

se eligen de forma que los pigmentos disazoicos de la fórmula III no contengan grupos acuosolubles o grupos formadores de sal.




8. Procedimiento para la preparación de pigmentos disazoicos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 47 hojas foliadas y
5. escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 10 de Julio 1968

p.a.


Firmado: JOSE RODRIGUEZ

mta,