

383285



Case 6850/E

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE C-09
SUBCLASE B

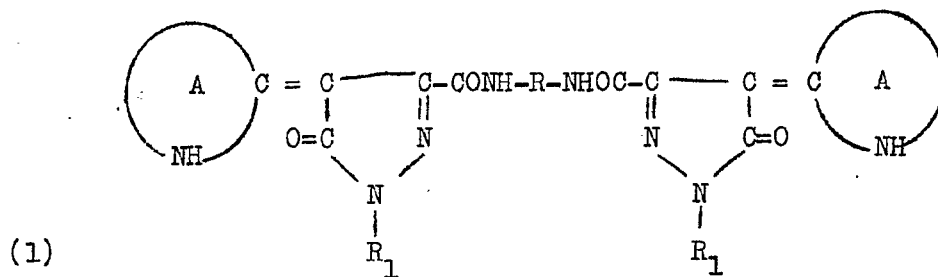
P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

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

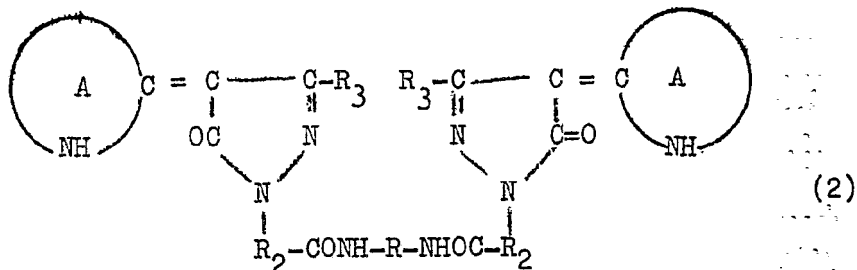
= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha descubierto que se llega a nuevos y valiosos pigmentos pirazolónicos de la fórmula



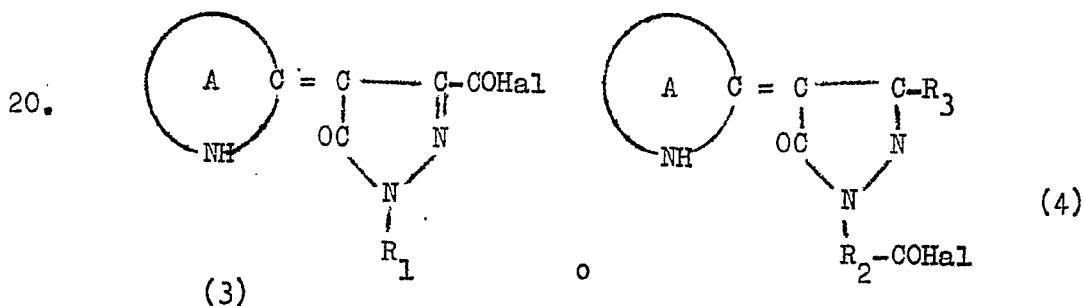
383285



donde

- A significa un anillo heterocíclico, el cual puede presentar todavía a lo menos un anillo bencénico yuxtacondensado;
10. R significa un enlace directo o un radical orgánico;
- R₁ significa un átomo de hidrógeno o un grupo alquílico o arílico;
- R₂ significa un radical alquilénico o arilénico; y
15. R₃ significa un grupo alquílico o de éster carboxílico,

si se condensa un haluro de ácido carboxílico de la fórmula





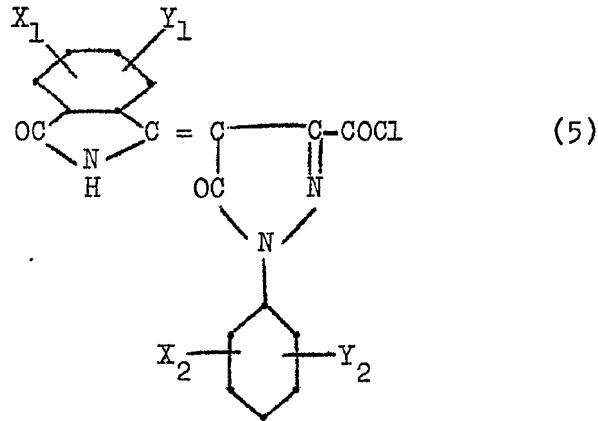
con una diamina, en la relación molar de 2:1.

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.

5.

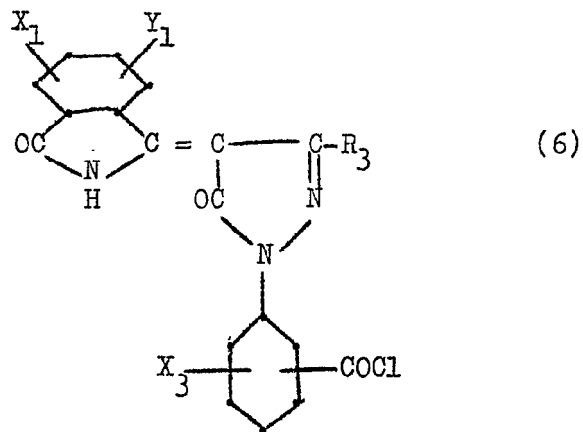
En calidad de materias de partida se emplean preferentemente cloruros de ácido carboxílico de las fórmulas

10.



15.

20.



25.



383285

en las que

X_1, Y_1 y X_3 significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos de alcoxilo, carbonamida o nitro;

X_2 e Y_2 significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos de alquilo, alcoxilo, alquilsulfonilo, nitro o acilamino.; y

5.

R_3 significa un grupo de alquilo o de carboalcoxilo.

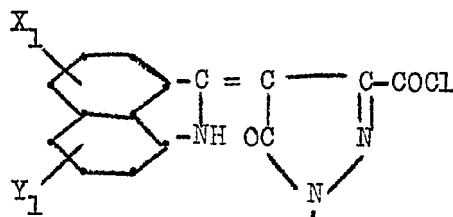
Los ácidos carboxílicos se obtienen conve-

10.

nientemente por condensación de un clorhidrato de ftalimidina con el respectivo ácido fenilpirazolon-carboxílico.

Asimismo presentan interés especial como materias de partida los cloruros de ácido carboxílico de las fórmulas

15.



(7)

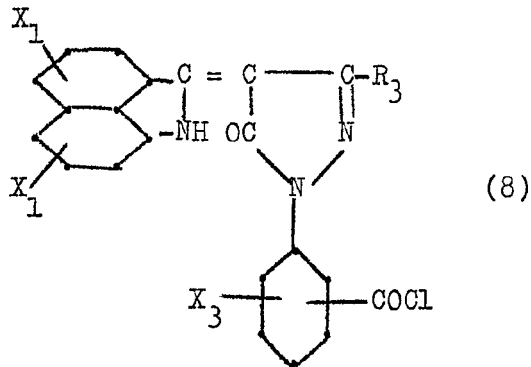
20.



383285



5.



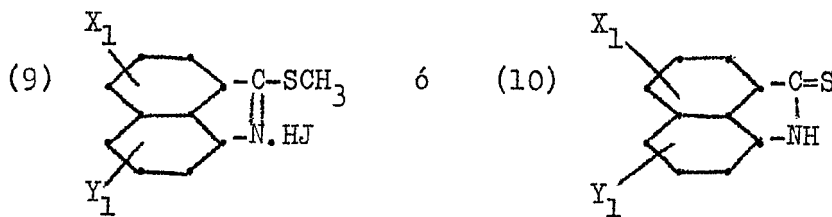
en las que

10.

X_1, Y_1, X_2, Y_2, R_3 y X_3 tienen el significado ya expuesto.

Los ácidos carboxílicos respectivos se obtienen convenientemente por condensación de un compuesto de la fórmula

15.



20.

con el ácido fenilpirazolon-carboxílico respectivo.

Los compuestos de la fórmula (9) y (10) se obtienen convenientemente por calentamiento de naftoestirilo



383285

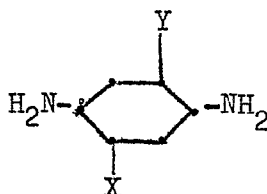
o de derivados de éste substituídos en el núcleo (como, por ejemplo, el 4-cloronaftoestirilo, el 2-metoxinaftoestirilo, el 5-metoxinaftoestirilo o el 4-bromonaftoestirilo) con pentasulfuro de fósforo en piridina y metilación con yoduro de metilo del tionaftoestirilo resultante.

5. La transformación de los ácidos carboxílicos en sus haluros puede efectuarse de la manera ordinaria, por tratamiento con agentes halogenadores de ácidos, en particular con cloruro de tionilo. El tratamiento con dichos agentes halogenadores de ácido se realiza convenientemente en disolventes orgánicos indiferentes, como la dimetilformamida, los clorobencenos (por ejemplo, monoclorobenceno o diclorobenceno), el tolueno, el xileno o el nitrobenzeno, en el caso de los cinco últimos eventualmente con adición de dimetilformamida.
- 10.
- 15.

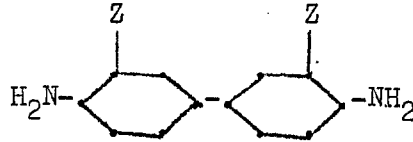
En calidad de diaminas utilizables según este invento cabe señalar a título de ejemplos la hidracina o las diaminas alifáticas (como la etilendiamina) y las diaminas heterocíclicas; pero de preferencia las diaminas aromáticas y en particular las de la serie bencénica, difenilica o naftalínica. Sumamente interesantes resultan las diaminas de las fórmulas

20.

25.



383285



5. donde

X, Y y Z significan átomos de halógeno o de hidrógeno o grupos de alquilo o alcoxilo.

A título de ejemplos cabe citar las diaminas siguientes:

- 10. 1,2-diaminobenceno
- 1,2-diamino-4-nitrobenceno
- 1,3-diaminobenceno
- 1,3-diamino-2-metilbenceno
- 1,3-diamino-4-metilbenceno
- 15. 1,3-diamino-4-clorobenceno
- 1,3-diamino-2,6-dimetilbenceno
- 1,3-diamino-4,6-dimetilbenceno
- 1,3-diamino-2,5-diclorobenceno
- 1,3-diamino-4,6-diclorobenceno
- 20. 1,3-diamino-4,5,6-triclorobenceno
- 1,3-diamino-5-carbometoxibenceno
- 1,3-diamino-5-carbanilidobenceno
- 1,4-diaminobenceno
- 1,4-diamino-2-clorobenceno

383285



- 1,4-diamino-2-bromobenceno
- 1,4-diamino-2,5-diclorobenceno
- 1,4-diamino-2-metilbenceno
- 1,4-diamino-2,5-dimetilbenceno
- 5. 1,4-diamino-2-metoxibenceno
- 1,4-diamino-2,5-dimetoxibenceno
- 1,4-diamino-2,5-dietoxibenceno
- 1,4-diamino-2-cloro-5-metilbenceno
- 1,4-diamino-2-cloro-5-metoxibenceno
- 10. 1,4-diamino-2-metil-5-metoxibenceno
- 4,4'-diaminodifenilo
- 3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo
- 3,3'-dimetil-4,4'-diaminodifenilo
- 3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo
- 15. 3,3',5,5'-tetracloro-4,4'-diaminodifenilo
- 2,2',5,5'-tetracloro-4,4'-diaminodifenilo
- 3,3'-dicloro-5,5'-dimetil-4,4'-diaminodifenilo
- éter 4,4'-diaminodifenílico
- 4,4'-diaminodifenilcetona
- 20. 4,4'-diaminodifenilsulfona
- 3,3'-diaminodifenilsulfona
- 4,4'-diamino-difenilmetano
- 3,3'-diamino-difenilmetano
- 3,3'-diamino-4,4'-dimetil-difenilmetano
- 25. 3,3'-diamino-4,4'-dicloro-bencilo



383285

- 4,4'-diamino-2,5,2',5'-tetracloro-difenilurea
- di-(4-aminobencensulfonil)-metilimida
- 4-(4'-aminobenzoilamino)-aminobenceno
- 4,4'-diamino-difenil-formil-amina
- 5. éster 4'-aminofenílico de ácido 4-aminobenzoico
- 2,8-diaminocriseno
- 3,8-diaminopireno
- 3,10-diaminopireno
- 4,11-diaminofluoranteno
- 10. 2,6- o 1,5-diaminonaftalina
- 2,6-, 1,4- o 1,5-diaminoantraquinona
- diaminobenzotiazoles, como el 2-(4'-aminofenil)-6-aminobenzo-
tiazol
- 2,6-diaminopiridina
- 15. 2,6-diaminopirimidina
- 3,5-diamino-1-metil-2,4,6-triacina y
- 3,3'-diamino-dibenzofurano.

La condensación entre los haluros de ácido carboxílico del tipo indicado antes y las diaminas se efectúa convenientemente en medio anhidro. En estas condiciones, la condensación se desarrolla por lo general con sorprendente facilidad, aún a temperaturas que se hallan en el intervalo de ebullición de los disolventes orgánicos normales, como el tolueno, el monoclorobenceno, el diclorobenceno, el triclorobenceno, el nitrobenceno y

- 20.
- 25.

383285



- similares. Para acelerar la reacción, se recomienda en general emplear un agente aceptor de ácido, como el acetato sódico anhidro o la piridina. Los colorantes obtenidos son en parte cristalinos y en parte amorfos y la mayoría de las veces se consiguen con muy buen rendimiento y en estado puro. Es conveniente segregar antes los cloruros de ácidos obtenidos de los ácidos carboxílicos. Pero en muchos casos puede renunciarse sin perjuicio a la segregación de los cloruros de ácido y efectuarse la condensación a continuación inmediata de la preparación de los cloruros de ácido carboxílico.
- 5.
- 10.

- Los nuevos colorantes constituyen valiosos pigmentos, que pueden emplearse para las más diversas aplicaciones de pigmentación; por ejemplo, en forma finamente dividida, para teñir seda artificial y viscosa o éteres y ésteres de celulosa, o superpoliamidas y superpoliuretanos o poliésteres en la masa para hilar, lo mismo que para la preparación de barnices coloreados o formadores coloreados de barnices, soluciones o productos a base de acetilcelulosa, nitrocelulosa, resinas naturales o artificiales, como las resinas de polimerización o las resinas de condensación, por ejemplo aminoplastos, resinas alquídicas, fenoplastos, poliolefinas (como el poliestireno, el cloruro de polivinilo, el polietileno, el polipropileno y el poliacrilonitrilo), goma, caseína, silicona y resinas de
- 15.
- 20.
- 25.

383285



silicona. Además, se pueden emplear ventajosamente para la fabricación de lápices de colores o placas de laminación.

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

5.

EJEMPLO 1

Se disuelven con agitación en 150 partes de piridina 36 partes de yodhidrato de 2-metilmercapto-benzo[c,3]-indol. Se añaden a la solución 20,4 partes de ácido 1-fenil-5-pirazolon-3-carboxílico y se calienta a 105-110°. Al cabo de 1 1/2 horas se deja enfriar hasta 60°, se diluye con 160 partes de metanol y se enfría hasta 15-20°. Luego se separa por filtración el ácido carboxílico de colorante precipitado, se le lava con metanol y con agua se le seca en vacío a 90-100°.

15.

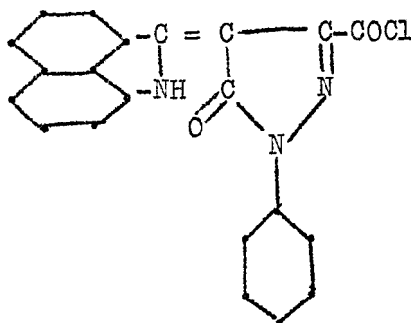
Para la preparación del cloruro de ácido se deslien 28 partes del ácido anterior en 130 partes de o-diclorobenceno anhidro y se calienta a 90-100°. Luego se instilan 13 partes de cloruro de tionilo y se calienta por tres horas a 115-120°. Después del enfriamiento se filtra, se lava con benceno seco y se seca en vacío, a 60°, el cloruro de ácido obtenido.

20.

383285



7,47 partes del cloruro de ácido carboxílico así obtenido, de la fórmula



10. se calientan a 100-110° en 170 partes de o-diclorobenceno anhidro y 0,05 partes de cloruro de tionilo. Se añade luego una solución, caliente a 100-110°, de 2,44 partes de 3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo y 0,8 partes de piridina y 50 partes de o-diclorobenceno anhidro y se calienta por 12 horas a temperatura de 140 a 145°. Se deja enfriar
15. hasta 100°, se filtra y se lava con o-diclorobenceno, caliente a temperatura de 110 a 130°, hasta que éste sale incoloro; se expulsa entonces con metanol y agua el o-diclorobenceno y se seca en vacío y a temperatura de 90 a 100° el pigmento resultante. Se obtiene un polvo
20. de color rojo oscuro, que incluido por laminación en el cloruro de polivinilo da una lámina de color rojo pardusco, de buena solidez a la migración y a la luz.

El yodhidrato de 2-metilmercapto-benzo-[c,d]-indol empleado en el primer párrafo puede prepararse



del modo siguiente:

- Se calientan en reflujo, a temperaturas de 110 a 114°, 89 partes de naftoestirilo en 250 partes de piridina anhidra con 60 partes de pentasulfuro de fósforo, durante 75 minutos. Después del enfriamiento, se vierte la solución reaccional en 1250 partes de agua caliente y, con agitación, se la mantiene a temperatura de 90 a 95° por una hora todavía. Después del enfriamiento se separa por filtración el tionaftoestirilo obtenido, se le lava bien con agua y se le recristaliza en alcohol.
- Se mantienen en ebullición por 90 minutos 37 partes del tionaftoestirilo en 180 partes de acetona con 34 partes de yoduro de metilo. Después del enfriamiento, se separa por filtración el yodhidrato de 2-metilmercapto-benzo[c,d]-indol, se le lava con un poco de acetona y se le seca en vacío a temperatura de 30 a 40°.
- En la tabla que sigue se reseñan otros colorantes que se obtienen si, siguiendo las indicaciones de este ejemplo, se condensa el derivado de carboestirilo mencionado en la columna I con el derivado de pirazolona mencionado en la columna II, se convierte el ácido carboxílico obtenido en cloruro de ácido y se condensa éste, en la relación molar 2:1, con la diamina mencionada en la columna III. La columna IV indica el matiz de la tintura de cloruro de polivinilo que así se obtiene.

383285



5.
10.
15.
20.
25.

	I	II	III	IV
1			1,3-diamino-4-metilbenceno	pardo
2	"	"	1,4-diamino-2,5-diclorobenceno	"
3	"	"	3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo	"
4	"	"	3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo	"
5	"	"	2,5-diaminopiridina	pardo amarillo
6	"		1,4-diaminobenceno	"
7	"	"	1,4-diamino-2,5-diclorobenceno	"
8	"	"	1,3-diamino-4-metilbenceno	"

383285



5.
10.
15.
20.
25.

	I	II	III	IV
9			3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo	pardo amarillo
10	"	"	3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo	"
11	"	"	2,6-diaminopiridina	"
12	"	"	1,4-diamino-2-metoxi-5-clorobence no	pardo
13	"		1,4-diaminobenceno	burdeos
14	"	"	1,3-diamino-4-metilbenceno	rojo
15	"	"	1,4-diamino-2,5-diclorobenceno	"



5.
10.
15.
20.
25.

	I	II	III	IV
16			1,4-diamino-2-metoxi-5-cloroben- ceno	rojo
17	"	"	3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo	rojo azulado
18	"	"	3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo	"
19	"		1,4-diaminobenceno	pardo
20	"	"	1,4-diamino-2,5-dimetilbenceno	"
21	"	"	1,4-diamino-2,5-diclorobenceno	"
22	"	"	1,4-diamino-2,5-dimetoxibenceno	"
23	"	"	1,3-diamino-4,6-dimetilbenceno	"

383285



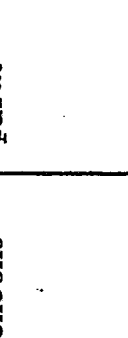


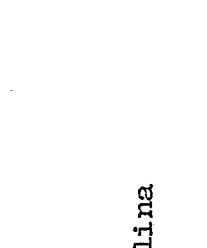
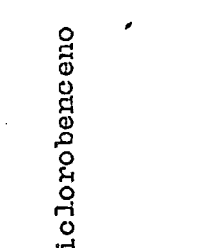
25. 20. 15. 10. 5.

	I	II	III	IV
24			3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo	pardo
25	"	"	di-(4-aminobencensulfonil)-metilimida	anaranjado
26	"		1,3-diamino-4-clorobenceno	pardo
27	"	"	1,4-diamino-2,5-diclorobenceno	"
28	"	"	3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo	"
29	"	"	3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo	"
30			1,3-diamino-4,6-dimetilbenceno	pardo rojizo

383295



5.
10.
15.
20.
25.

I	II	III	IV
<p>31</p> 		<p>1,4-diamino-2,5-diclorobenceno</p>	<p>pardo</p>
<p>32</p> 		<p>1,3-diamino-4,6-dimetilbenceno</p>	<p>burdeos</p>
<p>33</p> <p>"</p>	<p>"</p>	<p>1,5-diamino-naftalina</p>	<p>"</p>
<p>34</p> <p>"</p>		<p>1,4-diamino-2,5-diclorobenceno</p>	<p>rojo</p>
<p>35</p> <p>"</p>	<p>"</p>	<p>1,4-diamino-2,5-dimetilbenceno</p>	<p>"</p>

383285



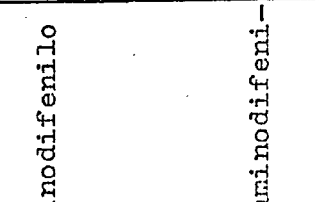
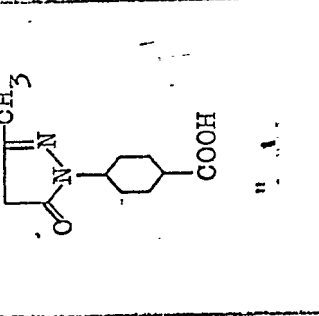
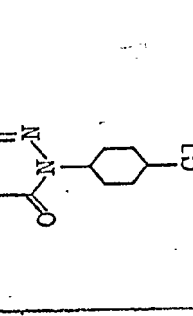
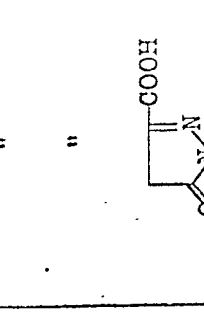
5.

10.

15.

20.

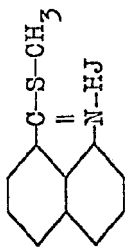
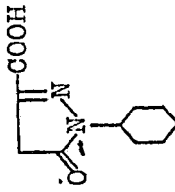
25.

	I	II	III	IV
36			3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo	rojo
37	"	"	3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo	"
38	"		"	anaranjado
39	"	"	2,5-dimetoxi-1,4-diaminobenceno	anaranjado rojizo
40	"	"	2,5-dicloro-1,4-diaminobenceno	anaranjado
41	"		3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo	pardo

383285



5.
10.
15.
20.
25.

	I	II	III	IV
42			1,3-diamino-4-metilbenceno	anaranjado
43	"	"	4,4'-diaminoazobenceno	rojo anaranjado
44	"	"	4,4'-diamino-2,2'-dimetilazobenceno	"

11473

= 21 =

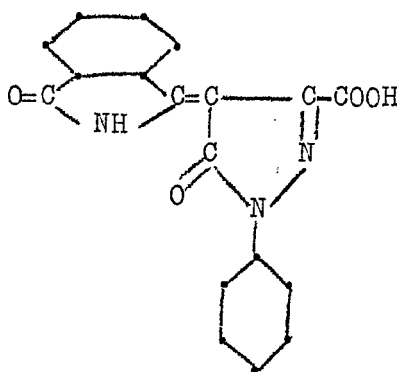
383285



EJEMPLO 2

Se calientan en reflujo por 30 minutos 36,5 partes de clorhidrato de iminoftalimidina y 41 partes de ácido l-fenil-5-pirazolon-3-carboxílico en 500 partes de éter monometílico de etilenglicol. Después del enfriamiento se filtra y se lava con metanol y con agua. Se obtiene el ácido carboxílico de colorante de la fórmula

10.



15.

Para la formación del cloruro de ácido, se calientan a 90-100° 33,3 partes del ácido anterior en 130 partes de o-diclorobenceno anhidro con 0,5 partes de dimetilformamida. Luego se instilan 16 partes de cloruro de tionilo y se mantiene dicha temperatura por tres horas todavía, con agitación. Después del enfriamiento hasta 20° se filtra, se lava con benceno y se seca en vacío a 60°.

20.

7,03 partes del cloruro de ácido carboxílico

383285



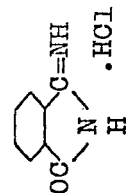
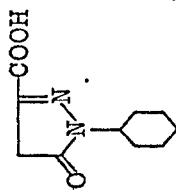
- de colorante así obtenido se calientan a 100-110° y agitando en 170 partes de o-diclorobenceno anhidro, después de añadir 0,05 partes de cloruro de tionilo. Se agrega luego una solución caliente de 1,57 partes de 2-metil-5-
5. cloro-1,4-diaminobenceno en 50 partes de o-diclorobenceno anhidro y 0,8 partes de piridina y se calienta por 16 horas a 140-145°. Se separa por filtración en caliente el pigmento rojoanaranjado que se ha precipitado y se le lava bien con o-diclorobenceno caliente, metanol y agua. Después de secar
10. en vacío a 100°, se obtiene un polvo rojoanaranjado, que incluido por laminación en cloruro de polivinilo da una hoja anaranjada, de muy buena solidez a la migración y a la luz.

- En la tabla que sigue se reseñan otros colorantes que se obtienen si, siguiendo las indicaciones de este ejemplo,
15. se condensa la ftalimidina mencionada en la columna I con la pirazolona mencionada en la columna II, se convierte en el cloruro de ácido el ácido carboxílico obtenido y se condensa el cloruro de ácido en la relación molar 2:1 con la diamina mencionada en la columna III. La columna IV indica
20. el matiz de la tintura que se obtiene así en el cloruro de polivinilo.

383285

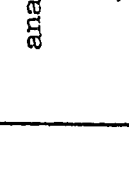
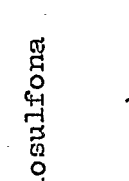
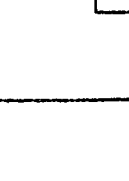


5.
10.
15.
20.
25.

	I	II	III	IV
1			4,4'-diamino-3,3'-dimetoxidifenilo	anaranjado
2	"	"	4,4'-diamino-3,3'-diclorodifenilo	"
3	"	"	1,4-diamino-2,5-diclorobenceno	"
4	"	"	1,4-diamino-2,5-dimetoxibenceno	pardo
5	"	"	1,4-diamino-2,5-dietoxibenceno	"
6	"	"	2,6-diaminopiridina	amarillo rojizo
7	"	"	4,4'-diamino-2,2'-dinitrodifenilo	anaranjado
8	"	"	1,5-diaminoantraquinona	"
9	"	"	2,6-diaminoantraquinona	amarillo rojizo
10	"	"	4,4'-diaminodifenilsulfona	anaranjado

383295

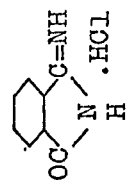
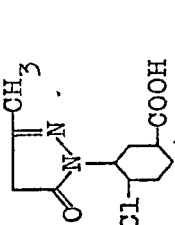
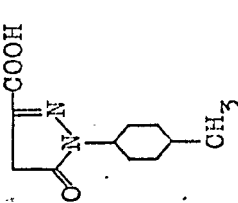
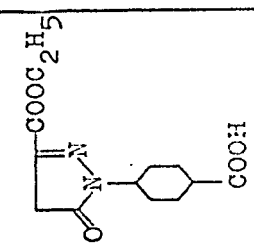


25.	I	20.	15.	10.	5.	IV
	II	III	IV	V	VI	VII
11			3,3'-diaminodifenilosulfona			anaranjado
12	"	"	éter 4,4-diaminodifenílico			rojo amarillento
13	"	"	mezcla de 3,8- y 3,10-diaminopireno			pardo
14	"	"	1,3-diamino-4,6-dimetilbenceno			anaranjado
15	"	"	4,4'-diamino-2,5,2',5'-tetraclorodifenilurea			"
16	"	"	hidracina			"
17	"	"	etilendiamina			"
18	"	"	1,4-diaminobenceno			anaranjado rojizo
19		"	"			amarillo
20	"	"	1,4-diamino-2,5-diclorobenceno			amarillo

383285



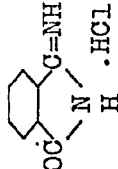
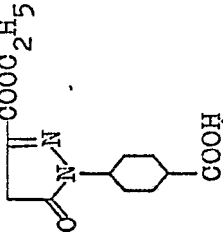
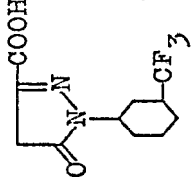
5.
10.
15.
20.

	I	II	III	IV
21			1,3-diamino-4,6-dimetilbenceno	amarillo
22	"	"	1,5-diaminonaftalina	"
23	"	"	3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo	"
24	"		1,3-diamino-4,6-dimetilbenceno	rojo
25	"	"	3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo	anaranjado
26	"	"	3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo	pardo
27	"		1,3-diamino-4-clorobenceno	amarillo

383285



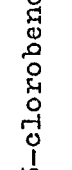
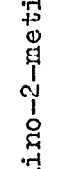
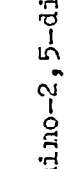
5.
10.
15.
20.
25.

	I	II	III	IV
28			1,4-diamino-2,5-diclorobenceno	amarillo rojizo
29	"	"	3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo	amarillo anaranjado
30	"	"	3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo	"
31	"		1,3-diamino-4-clorobenceno	"
32	"	"	1,4-diamino-2,5-diclorobenceno	"
33	"	"	3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo	amarillo
34	"	"	3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo	anaranjado

383285



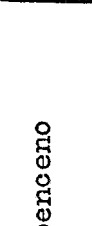
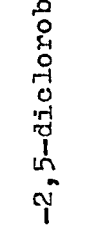
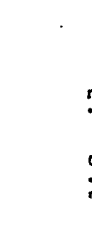
5.
10.
15.
20.
25.

	I	II	III	IV
35			1,4-diamino-2-metil-5-clorobenceno	amarillo
36	"	"	1,4-diamino-2,5-dimetoxibenceno	pardo
37	"	"	3,3'-dicloro-4,4'-diaminofenilo	amarillo
38	"	"	3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo	"
39	"		1,4-diamino-2,5-diclorobenceno	"
40	"	"	1,4-diamino-2,5-dimetoxibenceno	pardo
41	"	"	1,4-diamino-2-metil-5-clorobenceno	amarillo
42	"	"	3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo	"
43	"	"	1,5-diaminonaftalina	pardo

383285



5.
10.
15.
20.
25.

	I	II	III	IV
44			1,4-diamino-2,5-diclorobenceno	pardo amarillento
45	"	"	4,4'-diaminodifenilo	amarillo
46	"	"	3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo	amarillo
47	"	"	1,2-diaminobenceno	"
48	"	"	1,5-diaminoantraquinona	"
49	"		1,3-diamino-4-metilbenceno	"
50	"	"	1,4-diamino-2,5-diclorobenceno	"
51	"	"	1,4-diamino-2-metoxi-5-clorobenceno	"
52	"	"	3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo	"

383285



	I	II	III	IV
53			3,3-dicloro-4,4'-diaminodifenilo	pardo rojizo
54	"	"	3,3-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo	"
55	"		1,4-diamino-2,5-diclorobenceno	rojo
56			3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo	pardo

5.
10.
15.
20.
25.

323225



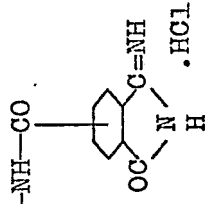
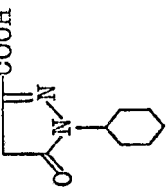
5.

10.

15.

20.

25.

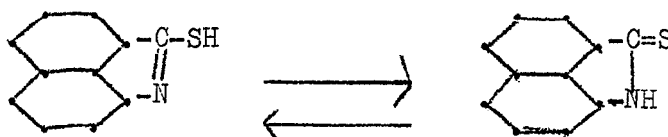
	I	II	III	IV
57			1,4-diamino-2,5-dichlorobenzene	pardo
58	"	"	3,3'-dimetoxi-4,4'-diamino-difenilo.	"



EJEMPLO 3

Se calientan a temperatura de 170 a 175°, con agitación y durante 2 horas, 18,5 partes de 2-mercapto-benzo-[c,d]-indol de la fórmula

5.

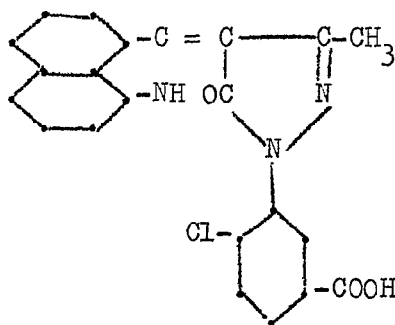


y 25,8 partes de 1-(2'-cloro-5'-carboxifenil)-3-metil-5-

10.

pirazolona en 100 partes de nitrobencono. Después del enfriamiento, se separa por filtración el colorante de la fórmula

15.



20.

se le lava bien con metanol y agua y se le seva en vacio a 100°.

383285



El ácido carboxílico se convierte, de la manera que se ha expuesto en el Ejemplo 1, en el cloruro de ácido y se condensa éste con 1,3-diamino-4,6-dimetilbenceno. El colorante obtenido es idéntico al colorante nº 32 de la tabla del Ejemplo 1.

De la misma manera puede prepararse también el colorante nº 33 de la tabla del Ejemplo 1.

EJEMPLO 4

Se agitan conjuntamente 65 partes de cloruro de polivinilo, 35 partes de ftalato de dioctilo y 0,2 partes del colorante obtenido según el Ejemplo 1, párrafos 1º a 3º, y luego se lamina la masa en vaivén en una calandria de dos rodillos, a 140º y durante 7 minutos. Se obtiene una hoja teñida de rojo pardusco, de muy buena solidez a la luz y a la migración.

EJEMPLO 5

Se muelen en un molino de pitones, durante 24 horas, 0,25 partes del colorante del Ejemplo 1, párrafos 1º a 3º, con 40 partes de un barniz al fuego de alquidomelamina que contiene 50% de materia sólida y con 4,75 partes de dióxido de titanio. El barniz resultante se extiende en cada capa delgada sobre una hoja de aluminio y se



cuece a 120° durante una hora. Se obtiene un barnizado rojo pardusco de excelente solidez a la luz.

EJEMPLO 6

5. Se espolvorean 100 partes de recortes de terafalato de polietileno con 1 parte del colorante del Ejemplo 1, párrafos 1º a 3º, y los recortes así obtenidos se convierten en filamentos a unos 270°, de la manera ordinaria. Las fibras de poliéster obtenidas, de color pardo rojizo, muestran buenas propiedades de solidez.

10. EJEMPLO 7

15. En un tambor giratorio se mezclan 100 partes de una poliamida a base de caprolactama en forma de recortes con 1 parte del colorante nº 18 de la tabla del Ejemplo 2. Los recotes así obtenidos se hilan por el procedimiento de hilatura en fusión como es corriente para las poliamidas. Los filamentos de poliamida resultantes, de color rojo anaranjado, muestran muy buena solidez a la luz.

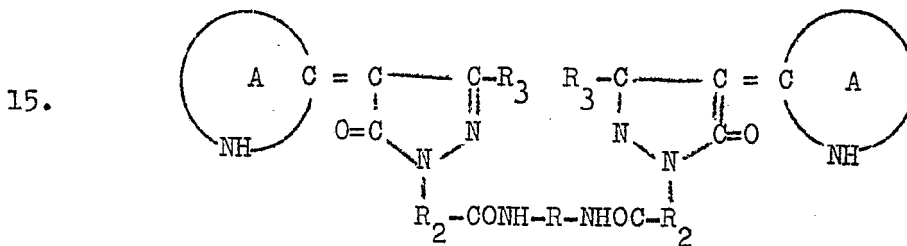
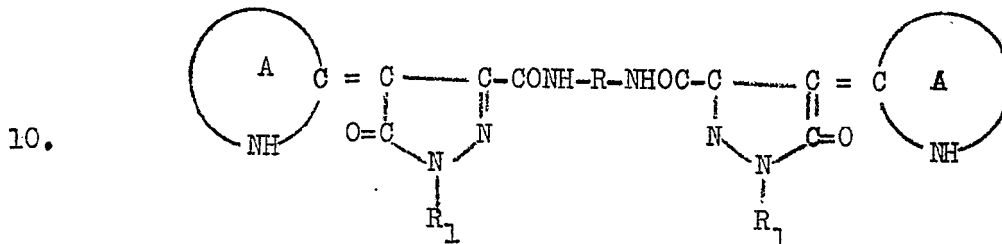
383285



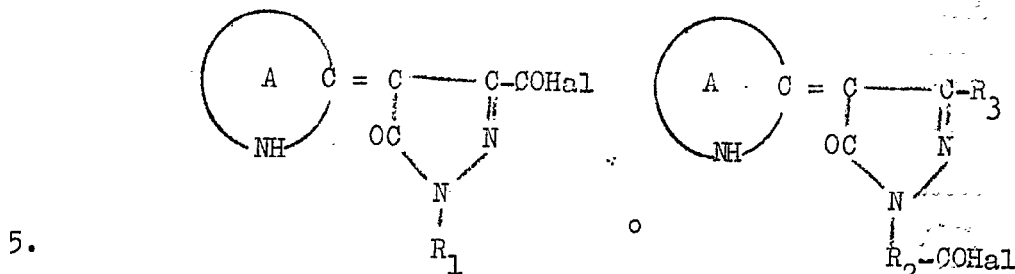
REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patentes suizas nú s. 13260/69 del 2.9.69 y 8713/70 del 10.6.70.

- 5. 1. Procedimiento para la preparación de pigmentos pirazolónicos de la fórmula



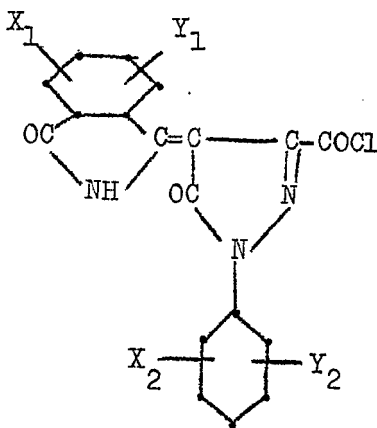
- 20. caracterizado por condensarse un haluro de ácido carbónico de la fórmula



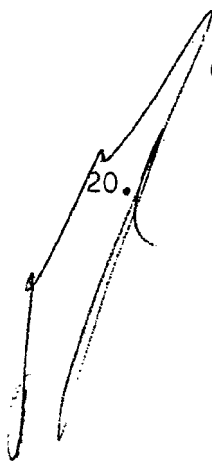
con una diamina, en la relación molar 2:1.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por partirse de un haluro de ácido carboxílico de la fórmula

10.



15.



en la que

X₁ e Y₁ significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos de alcoxilo, carbonamida o nitro,

20.

383285

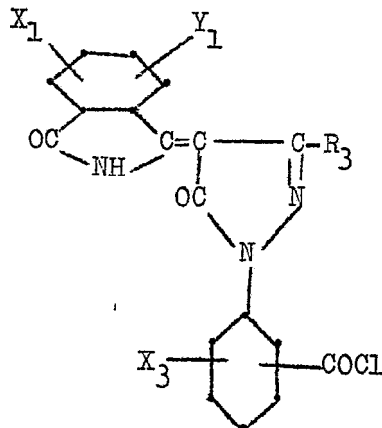


mientras que

X_2 e Y_2 significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos de alquilo, alcoxilo, nitro, alquil-sulfonilo o acilamino.

5. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por partirse de un cloruro de ácido carboxílico de la fórmula

10.



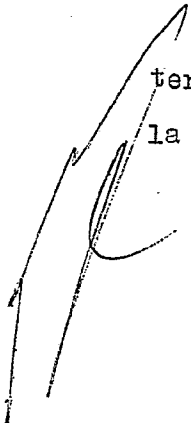
15.

en la que

R_3 significa un grupo de alquilo o carboalcoxilo, mientras que

20. X_1 , Y_1 y X_3 significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos de alcoxilo, carbonamida o nitro.

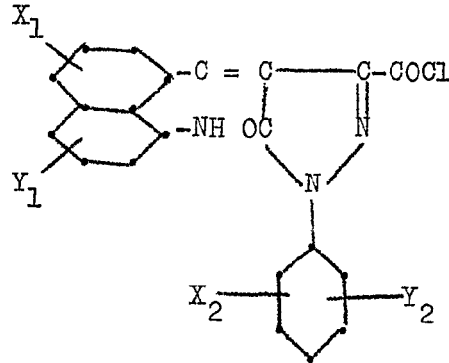
4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por partirse de un cloruro de ácido carboxílico de la fórmula



383285



5.



en la que

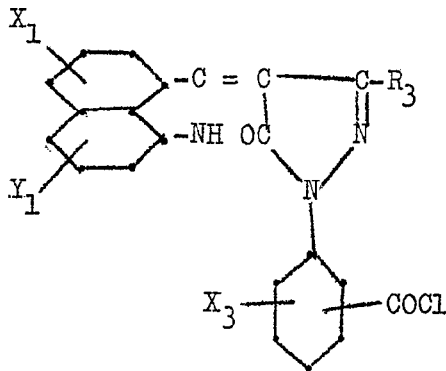
X_1 , Y_1 , X_2 e Y_2 tienen el significado que

10.

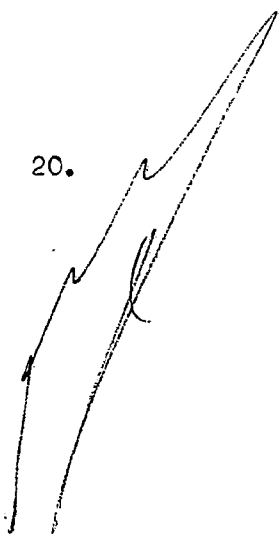
se ha expuesto en la reivindicación 2.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por partirse de un cloruro de ácido carboxílico de la fórmula

15.



20.



= 38 =

383285

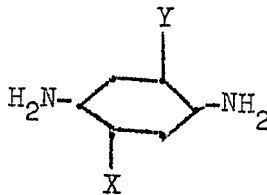


en la que R_3 , X_1 , Y_1 y X_3 tienen el significado que se ha expuesto en la reivindicación 3.

5. 6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por emplearse en concepto de diamina un diaminobenceno o un diaminodifenilo.

7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por emplearse una diamina de la fórmula

10.

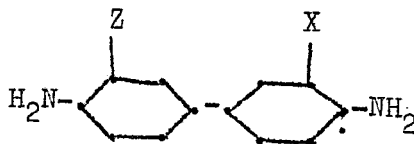


en la que

15. X e Y significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos de alquilo o alcoxilo.

8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por emplearse una diamina de la fórmula

20.



en la que los símbolos

Z significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos de alquilo o alcoxilo



383285

9. Procedimiento para la preparación de pigmentos pirazólinicos.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 39 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 1 de Septiembre de 1970

p.a.

JAMIE ISERN

ROQUE SANZ HERRERO