

2-9-71

171



389310
P. 042

Hoe 70/F 042

Memoria descriptiva

389310

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>009</u>
SUBCLASE <u>B</u>

para solicitar PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA por 20 años

a nombre de **FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT VORMALS
MEISTER LUCIUS & BRUNING**

entidad / ~~de~~ nacionalidad alemana

con domicilio en Frankfurt/Main, República Federal Alemana.

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES MONO-
ZOICOS AMARILLOS"

(Clase Internacional 009b)

15.2.71

- 1 -

**POOR
QUALITY**

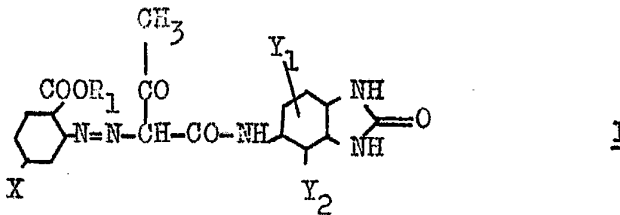
389310



El presente invento concierne a un proceso

dimiento para la preparación de nuevos y valiosos colorantes monoazoicos amarillos insolubles en agua de la fórmula general 1

5



10

en la que R₁ significa un grupo alcoholo, cicloalcoholo o aralcoholo, X significa un grupo de éster de ácido carboxílico o de amida de ácido carboxílico, Y₁ e Y₂ significan átomos de hidrógeno, átomos de halógeno, preferiblemente átomos de cloro o de bromo, grupos alcoholo, preferiblemente grupos metilo, o grupos alcoxi, preferiblemente grupos metoxi y etoxi, en el cual se copulan aminas diazotadas de la fórmula general 2

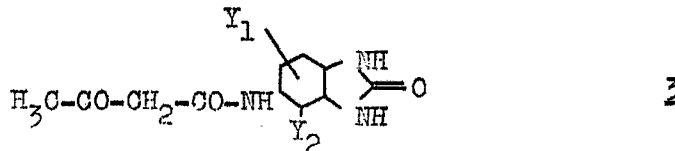
15

20



en la que R₁ y X tienen los significados precedentemente citados, con componentes de copulación de la fórmula general 3

25



30

en la que Y₁ e Y₂ tienen los significados precedentemente

20973

389310

17 MAR 1977



citados.

Las aminas de la fórmula general 2 utilizadas en calidad de componentes diazoicos pueden ser preparadas de acuerdo con procedimientos de por sí conocidos.

5 Por ejemplo, los diésteres de ácido amino-tereftálico de la fórmula general 2a, en la que R_1 y R_2 significan radicales iguales, se pueden obtener haciendo reaccionar ácido

10 nitro-tereftálico o dicloruro de ácido nitro-tereftálico de manera usual con alcoholes de la fórmula general $R_1OH(4)$, en los cuales R_1 significa un radical alcoholo, por ejemplo metilo, etilo, n-butilo, isopropilo, isobutilo, sec-butilo, ter-butilo, n-hexilo, beta-hidroxi-etilo, beta-cloroetilo, un radical cicloalcoholo, por ejemplo

15 ciclohexilo o un radical aralcoholo, por ejemplo bencilo, para formar diésteres de ácido nitro-tereftálico de la fórmula general 5, en la que R_1 y R_2 significan radicales iguales, y reduciendo el grupo nitro a grupo amino. Eventualmente, se puede partir también del ácido tereftálico en lugar de del ácido nitro-tereftálico, hacer reaccionar

20 a éste o a su cloruro de ácido para formar un diéster de ácido tereftálico, y luego introducir el grupo nitro por nitración, para llegar, después de reducción del grupo nitro, también a los productos de la fórmula general 2a.

Los componentes diazoicos de la fórmula general 2b se pueden obtener por ejemplo saponificando parcialmente diésteres de ácido nitro-tereftálico de la fórmula general 5, en los cuales R_1 y R_2 significan radicales iguales, para formar los ácidos 3-nitro-4-éster de

25 ácido carboxílico-benzoicos de la fórmula general 6, que

30 pueden ser hechos reaccionar pasando por su cloruro de áci-

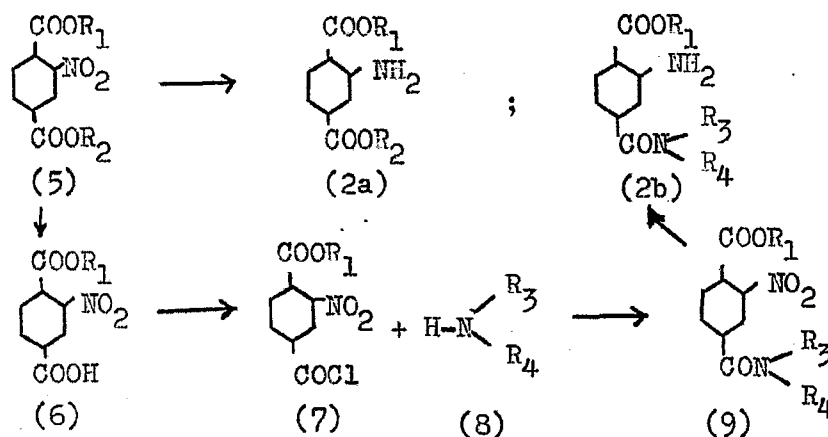


do (7) con aminas de la fórmula general 8 para formar amidas de la fórmula general 9, que después de reducción del grupo nitro proporcionan los compuestos amínicos de la fórmula general 2b.

5

10

15



Los cloruros de ácido de la fórmula general 7 pueden ser hechos reaccionar también con un alcohol R₂OH diferente de R₁OH, para proporcionar después de reducción del grupo nitro diésteres de la fórmula general 2a, en los cuales R₁ y R₂ tienen diferente constitución y R₂ se escoge entre los grupos indicados para R₁.

Como aminas de la fórmula general 8 se pueden citar a modo de ejemplo: amoníaco, metilamina, etilamina, beta-hidroxietilamina, n-propilamina, isopropilamina, n-butilamina, isobutilamina, sec-butilamina, ter-butilamina, n-pentilamina, sec-pentilamina, n-hexilamina, alilamina, dimetilamina, dietilamina, di-n-propilamina, di-n-butylamina, ciclohexilamina, bencilamina, piperidina, anilina, mono-, di- y tri-halógeno-anilinas tales como 2-cloroanilina, 3-cloroanilina, 4-cloroanilina, 2,4-dicloro-



roanilina, 2,5-dicloroanilina, 2,6-dicloroanilina, 3,4-
-dicloroanilina, 2,4,5-tricloroanilina, 2,4,6-tricloro-
anilina, 2-bromoanilina, 4-bromoanilina, 2,4-dibromoani-
lina, 2,5-dibromoanilina, alcoholanilinas, tales como
5 2-metilanilina, 3-metilanilina, 4-metilanilina, 2,4-dime-
tilanilina, 2,5-dimetilanilina, 4-etilanilina, 4-isopropil
anilina, alcoxianilinas, tales como 2-metoxianilina, 4-
-metoxianilina, 4-etoxianilina, 2-butoxianilina, 2,4-di-
metoxianilina, 2,5-dimetoxianilina, 2,5-dietoxianilina,
10 halógeno-alcohol-anilinas, tales como 2-metil-4-cloro-
-anilina, 2-metil-5-cloro-anilina, 2-metil-3-cloro-anili-
na, 2-cloro-5-metil-anilina, 2,4-dicloro-5-etil-anilina,
2,5-dicloro-4-metil-anilina, 2,4,6-tricloro-3-metil-ani-
lina, 2-trifluorometil-4-cloro-anilina, 2-cloro-5-tri-
15 fluorometil-anilina, halógeno-alcoxi-anilinas, tales como
2-metoxi-5-cloro-anilina, 2-etoxi-5-cloro-anilina, 2,4-
-dicloro-5-metoxi-anilina, 4-cloro-2,5-dimetoxi-anilina,
acilaminoanilinas, tales como 4-acetamino-anilina, 2-
-cloro-4-metil-5-acetaminoanilina, 2-cloro-5-benzoilami-
20 no-anilina, aminas aciladas en el núcleo, tales como
3-amino-4-cloroacetofenona, 3-amino-4-cloro-benzofenona,
aminodifeniléteres, tales como 2-amino-difeniléter, 2-
-amino-2',5'-dicloro-difeniléter, amidas y ésteres de
ácido aminobencenocarboxílico, tales como éster metílico
25 de ácido antranílico, éster butílico de ácido antraníli-
co, éster metílico de ácido 4-cloro-antranílico, éster
dimetílico de ácido aminotereftálico, amida de ácido 4-
-amino-benzoico, metilamida de ácido 3-amino-4-cloro-
-benzoico, amida de ácido 3-amino-4-metil-benzoico, ami-
30 das de ácido aminobencenosulfónico, tales como amida de

389310



5 ácido 4-amino-bencenosulfónico, metilamida de ácido 2,5-dimetoxi-4-aminobenceno-sulfónico, éster metílico - (1) - amida - (4) de ácido 2-amino-tereftálico, naftilamina, y naftilaminas sustituidas, tales como 1-amino-2-metoxi-naftaleno.

Los componentes de copulación de la fórmula general 3 pueden ser preparados de acuerdo con procedimientos de por sí conocidos, por ejemplo por condensación de dicetena con 5-amino-bencimidazolona.

10 En calidad de componentes de copulación se pueden citar a modo de ejemplo:

- 5-acetoacetilamino-bencimidazolona;
- 7-cloro-5-acetoacetilamino-bencimidazolona;
- 7-bromo-5-acetoacetilamino-bencimidazolona;
- 15 6-cloro-5-acetoacetilamino-bencimidazolona;
- 6-bromo-5-acetoacetilamino-bencimidazolona;
- 6-metoxi-5-acetoacetilamino-bencimidazolona;
- 7-metoxi-5-acetoacetilamino-bencimidazolona;
- 6-etoxi-5-acetoacetilamino-bencimidazolona;
- 20 7-cloro-4-metil-5-acetoacetilamino-bencimidazolona;
- 6-metil-5-acetoacetilamino-bencimidazolona;
- 4,7-dimetil-5-acetoacetilamino-bencimidazolona; y
- 4-metil-6-cloro-5-acetoacetilamino-bencimidazolona.

25 La preparación de colorantes de la fórmula general 1 tiene lugar de acuerdo con procedimientos de por sí conocidos, por ejemplo por combinación de los compuestos de diazonio con los componentes de copulación en medio acuoso. En ciertos casos puede ser útil en este caso utilizar una adición de agentes tensioactivos, tales
30 como por ejemplo agentes dispersantes no ionógenos, anión-



nicamente activos o catiónicamente activos. La diazotación y la copulación pueden llevarse a cabo también en presencia de disolventes orgánicos apropiados, tales como por ejemplo ácido acético glacial, alcohol, dioxano, tetrahidrofurano, formamida, dimetilformamida, dimetilsulfóxido o también piridina.

Los colorantes así obtenidos no resultan la mayor parte de las veces con grado óptimo de blandura de grano. Son sometidos por lo tanto ventajosamente a un tratamiento posterior, que sirve para lograr plena intensidad de color y una estructura cristalina especialmente favorable de los pigmentos. Por ejemplo, se calientan para este fin los colorantes secos y molidos o húmedos durante algún tiempo en ácido acético glacial, dimetilformamida u otros disolventes orgánicos, tales como piridina, dimetilsulfóxido, alcoholes, clorobenceno, diclorobenceno, quinoleina, glicol, nitrobenzeno o también en mezclas de estos disolventes. En este caso pueden encontrar utilización temperaturas desde la temperatura ambiente a temperaturas superiores incluídas la temperatura de ebullición del disolvente, o temperaturas todavía más elevadas bajo presión. Eventualmente, la transformación a una forma de grano blando se hace posible también calentando con agua bajo presión, pudiendo ser ventajosa una adición de agentes tensioactivos o de disolventes orgánicos, por ejemplo, de los tipos precedentemente citados.

Los nuevos colorantes constituyen pigmentos insolubles en agua. Son apropiados para la preparación de barnices coloreados, agentes formadores de barniz, so-

389310



luciones y productos a base de acetilcelulosa, así como éteres de celulosa, resinas naturales o resinas sintéticas, tales como resinas de polimerización o de condensación, tales como por ejemplo aminoplastos o fenoplastos, así como también a base de poliestireno, poliolefinas, tales como por ejemplo polietileno o polipropileno, compuestos poliacrílicos, compuestos polivinílicos, tales como por ejemplo poli(cloruro de vinilo) o poli(acetato de vinilo), poliésteres, caucho, resinas de caseína o resinas de silicona.

Los nuevos colorantes de pigmento son apropiados además para la estampación con pigmento sobre substratos, especialmente materiales fibrosos textiles u otras estructuras de forma plana tales como por ejemplo papel. Los colorantes pueden ser utilizados también para otros fines de aplicación, por ejemplo en forma finamente dividida para teñir seda sintética de viscosa o ésteres de celulosa, poliamidas, poliuretanos, poli(tereftalatos de glicol) o poliacrilonitrilo en la masa de hilatura, o para teñir papel.

Los colorantes pueden ser incorporados bien en los medios citados a causa de sus favorables propiedades reológicas. Tienen buenas solideces frente a la luz, a las condiciones climáticas y a la emigración. Son además estables frente al calor, de color intenso y muestran en la mayor parte de los casos tonos de color puros. Son estables frente a la influencia de productos químicos, sobre todo disolventes, ácidos y álcalis.

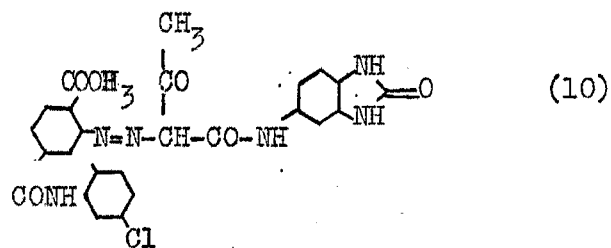
Los datos de temperatura en los siguientes ejemplos se refieren a grados Celsius.

389310



Ejemplo 1

34 partes en peso de éster metílico -(1)-
-(2',5'-dicloro-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftáli-
5 co son agitadas con 80 partes en volumen de ácido acéti-
co glacial y son mezcladas con 32 partes en volumen de
ácido clorhídrico (al 30%). A 15° se diazota con 20,1
partes en volumen de solución 5 N de nitrito de sodio. Se
diluye con 400 partes en volumen de agua, se clarifica y
10 se destruye con ácido amidosulfónico el eventual exceso
de ácido nitroso. 23,5 partes en peso de 5-acetoacetilami-
no-bencimidazolona son disueltas en 250 partes en volu-
men de agua y 22,3 partes en volumen de lejía de sosa
15 (al 33%), son clarificadas con 0,5 partes en peso de
carbón, y esta solución es añadida luego bajo buena agi-
tación a la solución de 30 partes en peso de ácido acéti-
co glacial en 300 partes en volumen de agua. Al precipi-
tado resultante se añade gota a gota, a continuación a
20 15-20°C, la solución diazoica, manteniéndose por simul-
tánea adición gota a gota de lejía de sosa diluída el
valor de pH en aproximadamente 4,4. Después de terminada
la copulación, se aísla por filtración con succión el
colorante resultante de la fórmula 10



30

389310



y se lava.

5 Para el tratamiento posterior se agitan bien 707 partes en peso de torta comprimida húmeda (al 8,2%) en 2840 partes en volumen de ácido acético glacial, se calientan a elevada temperatura y se mantienen durante 30 minutos a la temperatura de ebullición. Luego se enfría a aproximadamente 60°, se filtra con succión, se separa por lavado con agua, se seca y se muele.

10 Si 67 partes en peso de poli(cloruro de vinilo), 33 partes en peso de una mezcla plastificante (mezcla de partes iguales de ftalato de dioctilo y ftalato de dibutilo), 0,1 partes en peso del colorante y 0,5 partes en peso de dióxido de titanio son mezcladas durante 15 minutos a 150° sobre un molino de rodillos y se transforman en una delgada lámina, su tinción de color amarillo rojizo se caracteriza por buena intensidad de color y pureza, y por una buena solidez frente al calor, a la emigración y a la luz.

20 Ejemplo 2.

19,4 partes en peso de éster metílico (1)-amida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico son agitadas durante la noche con 33,2 partes en volumen de ácido clorhídrico (al 37%) y 43 partes en volumen de agua. Se diluye con 200 partes en volumen de agua y se diazota a 5-10° con 20,1 partes en volumen de solución 5 N de nitrito de sodio. Después de esto se agita posteriormente durante 1 hora con un pequeño exceso de ácido nitroso, se clarifica luego y se destruye con ácido amidosulfónico un conte-

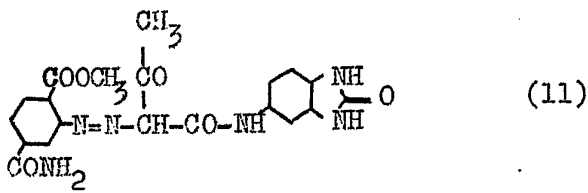
2:00:33

389310



nido eventualmente todavía presente de ácido nitroso. 23,5 partes en peso de 5-acetoacetilamino-bencimidazolona son disueltas en 250 partes en volumen de agua y 22,3 partes en volumen de lejía de sosa (al 33%), son clarificadas con 0,5 partes en peso de carbón y esta solución es añadida luego, con buena agitación, a la solución de 30 partes en peso de ácido acético glacial en 300 partes en volumen de agua. Al precipitado resultante se añade luego gota a gota a 15-20°C la solución diazoica. Después de alcanzar un valor de pH de aproximadamente 4,4 se mantiene este valor de pH por simultánea adición gota a gota de lejía de sosa diluída. Después de terminada la adición está finalizada la copulación. Se calienta a 70°C, se aísla luego el colorante de la fórmula 11

15



20

por filtración con succión y se separa el producto por lavado con agua.

25

Para el tratamiento posterior se agitan bien 148,7 partes en peso de torta comprimida húmeda (al 29%) en 827 partes en volumen de ácido acético glacial, se calientan a elevada temperatura y se mantiene durante 1 hora a la temperatura de ebullición. Se enfría luego a aproximadamente 70°C, se filtra con succión, se lava con agua, se seca y se muele.

30

389310



El colorante así obtenido, al ser incorporado en poli(cloruro de vinilo), en un barniz, en una tinta de estampación o en una masa de hilatura, proporciona tintaciones de color amarillo con buena solidez frente al calor, a la luz, a la exudación y a los disolventes.

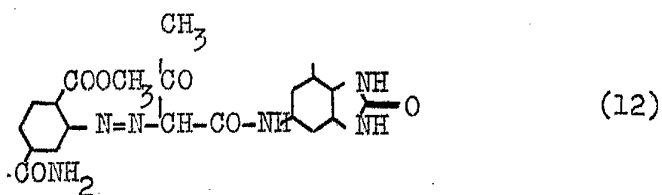
Ejemplo 3.

19,4 partes en peso de éster metílico-(1)-amida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico son diazotadas tal como se describe en el Ejemplo 2.

28,05 partes en peso de 7-cloro-5-acetoacetyl-amino-bencimidazolona son disueltas en 250 partes en volumen de agua y 22,3 partes en volumen de lejía de sosa (al 33%), son clarificadas con 0,5 partes en peso de carbón, y esta solución se añade luego bajo buena agitación a la solución de 30 partes en peso de ácido acético glacial y 300 partes en volumen de agua. Al precipitado resultante se añade gota a gota luego a 15-20° la solución diazoica. Después de alcanzar un valor de pH de aproximadamente 4,4, se mantiene éste por simultánea adición gota a gota de lejía de sosa diluída. Se calienta a 90°, se disminuye luego la temperatura por adición de agua fría hasta aproximadamente 70°, se filtra con succión el colorante de la fórmula 12

389310

17



5

y se lava con agua.

10

Para el tratamiento posterior se agitan bien 281 g de torta comprimida húmeda (aproximadamente al 16%) en 1150 partes en volumen de ácido acético glacial, se calienta a elevada temperatura y, con buena agitación mecánica a fondo se pone en ebullición durante 30 minutos bajo reflujo. Luego se deja enfriar a aproximadamente 80°, se filtra con succión, se lava con agua, se seca y se muele.

15

20

El colorante así obtenido, al ser incorporado en poli(cloruro de vinilo), en un barniz, en una tinta de estampación o en una masa de hilatura, proporciona tinciones de color amarillo puras, que muestran buenas solideces frente al calor, a la luz, a la exudación y a los disolventes.

Ejemplo 4.

25

30

10,45 partes en peso de éster dimetilico de ácido amino-tereftálico son agitadas en 16,6 partes en volumen de ácido clorhídrico (al 37%) y 124 partes en volumen de agua y luego se diazotan a 5-10° con 10,05 partes en volumen de solución 5 N de nitrito de sodio. Se agita posteriormente durante 0,5 horas con un pequeño exceso de

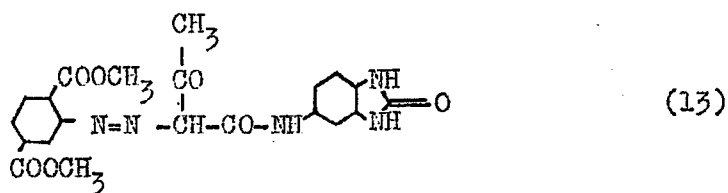
389310



ácido nitroso, se diluye con aproximadamente 1000 partes en volumen de agua, se clarifica y se destruye con ácido amidosulfónico un exceso eventualmente todavía presente de ácido nitroso.

5 11,8 g de 5-acetoacetilamino-bencimidazolona son disueltas en 125 partes en volumen de agua y 11,2 partes en volumen de lejía de sosa (al 33%), y son clarificados con 0,25 partes en peso de carbón. Esta solución es añadida luego bajo buena agitación a la solución de 15 partes en peso de ácido acético glacial en 150 partes en volumen de agua. Al precipitado resultante se añade luego gota a gota, a 15-20°, la solución diazoica. Después de alcanzar un valor de pH de aproximadamente 4,4, se mantiene éste por simultánea adición gota a gota de lejía de sosa diluída. Después de terminada la adición está finalizada la copulación. Se calienta a 90°, se disminuye luego la temperatura a 70° por adición de agua fría, se filtra con succión el colorante de la fórmula 13

20



25

y se lava.

30

Para el tratamiento posterior, se agitan bien 111,4 partes en peso de torta comprimida húmeda (aproximadamente al 18%) en una mezcla de 637 partes en volumen de alcohol etílico y 53,1 partes en volumen de ácido acético glacial, se calienta a elevada temperatura, y se pone en



ebullición a reflujo durante 30 minutos con buena agitación mecánica a fondo. Luego se filtra con succión, se lava con agua, se seca y se muele el colorante para formar un polvo fino.

5 El colorante así obtenido al ser incorporado en poli(cloruro de vinilo), en un barniz, en una tinta de estampación o en una masa de hilatura, proporciona tinciones de color amarillo con buenas solidez frente al calor, a la emigración y a los disolventes, que se caracterizan por una solidez muy buena frente a la luz.

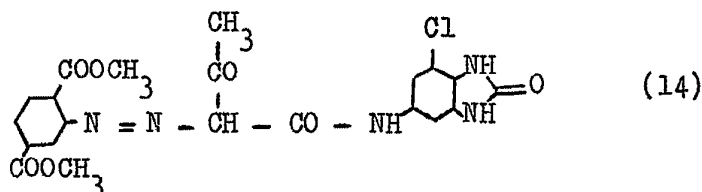
10

Ejemplo 5.

15 10,45 partes en peso de éster dimetílico de ácido amino-tereftálico son diazotadas, tal como se describe en el Ejemplo 4. La solución de sal de diazonio obtenida es neutralizada a 0-5^o por adición de aproximadamente 60 partes en volumen de solución 4 n de acetato de sodio hasta un valor de pH de aproximadamente 3,9, y se

20 añade gota a gota con lentitud, bajo agitación, una solución clarificada de 13,4 partes en peso de 7-cloro-5-acetacetilamino-bencimidazolona en 125 partes en volumen de agua y 11,2 partes en volumen de lejía de sosa (al 33%). Después de terminada la adición está finalizada la copulación.

25 Se calienta a 90^o, se disminuye luego la temperatura a aproximadamente 70^o por adición de agua fría, se filtra con succión el colorante de fórmula 14



389310



y se lava con agua.

5 Para el tratamiento posterior, se agitan bien 121,9 partes en peso de torta comprimida húmeda en 712 partes en volumen de alcohol isopropílico, se calienta a elevada temperatura y, con buen mezclado mecánico a fondo, se ponen en ebullición durante 30 minutos bajo reflujo. Luego se filtra con succión, se seca y se pulveriza.

10 El polvo de colorante así obtenido muestra, igual que el colorante del Ejemplo 4, en tinciones del tipo allí especificado, una solidez frente a la luz muy buena.

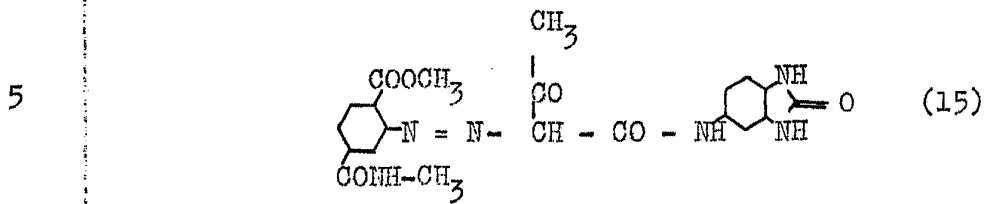
15 Ejemplo 6.

10,4 partes en peso de éster metílico-(1)-metilamida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico son agitadas en 16,6 partes en volumen de ácido clorhídrico (al 37%) y 24 partes en volumen de agua y, después de dilución con otras 100 partes en volumen de agua, son diazotadas a 5-10° con 10,05 partes en volumen de solución 5 N de nitrito de sodio. Se agita posteriormente durante 1 hora con débil exceso de ácido nitroso, se clarifica y se destruye con ácido amidosulfónico un exceso eventualmente todavía presente de ácido nitroso.

25 La solución de sal de diazonio obtenida es copulada, análogamente al procedimiento descrito en el Ejemplo 2, con 11,7 partes en peso de 5-acetoacetilamino-bencimidazolona. Después de terminada la copulación se
30 calienta a 90°, después de esto se enfría a 70° por adi-



ción de agua fría y se aísla por filtración con succión el colorante de la fórmula 15



y se lava.

10 Para el tratamiento posterior, se agitan bien 105,5 partes en peso de torta comprimida húmeda (aproximadamente al 20,4%) en 583 ml de ácido acético glacial, se calienta elevada temperatura y, con buen mezclado mecánico a fondo, se pone en ebullición bajo reflujo

15 durante 30 minutos. Luego se deja enfriar a aproximadamente 80°, se filtra con succión, se lava con agua, se seca y se pulveriza.

Si 0,8 partes en peso de este pigmento, 2,4 partes en peso de hidrato de alúmina y 4,8 partes en

20 peso de un barniz de impresión son mezcladas y trituradas en la amasadora de tres rodillos, se obtiene una tinta de impresión con un contenido de pigmento de 10% en peso, que proporciona impresiones de color amarillo con elevada intensidad de color y pureza, con muy buena solidez frente

25 a la luz.

Si 0,1 partes en peso del mismo producto colorante y 0,5 partes en peso de dióxido de titanio son incorporados en el espacio de 15 minutos a 150°, tal como se describe en el Ejemplo 1, en 67 partes en peso de poli(cloruro de vinilo) y 33 partes en peso de una mezcla

30

389310



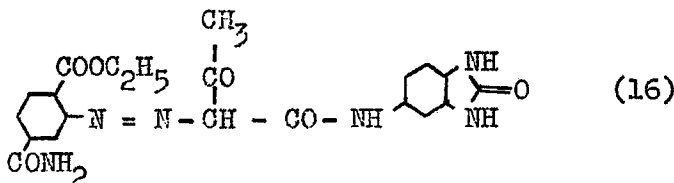
plastificante, se obtiene una tinción sobre material sintético de color amarillo rojizo con muy buenas solididades frente al calor, a la emigración y a la luz, así como elevada intensidad de color y pureza de tono de color.

5

Ejemplo 7.

20,8 partes en peso de éster etílico-(1)-amida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico son diazotadas análogamente al modo de procedimiento del Ejemplo 2 e igual que en éste son copuladas con 23,5 partes en peso de 5-acetocetilamino-bencimidazolona. Después de terminada la copulación se calienta a elevada temperatura a 70°. Después de esto se aísla por filtración con succión el colorante de la fórmula 16

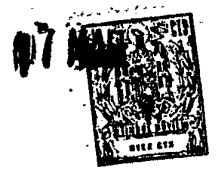
15



y se lava.

Para el tratamiento posterior, se agitan bien 170 partes en peso de torta comprimida húmeda (aproximadamente al 24,5%) en una mezcla de 403 partes en volumen de agua e igual cantidad de dimetilformamida, luego se calienta a elevada temperatura y se mantiene durante 30 minutos a una temperatura de 50°. Después de esto se filtra con succión, se lava con agua, se seca y finalmente se muele.

30

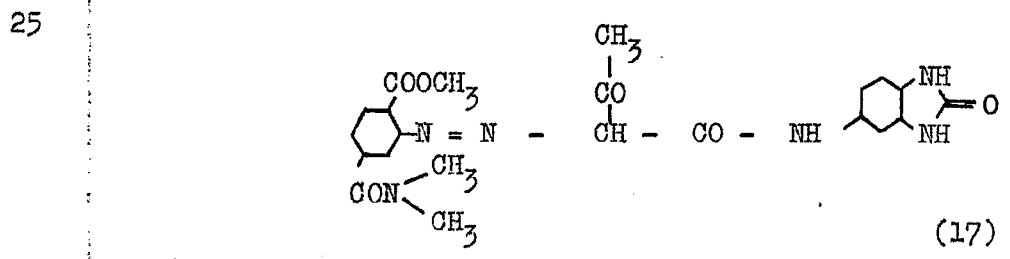


El colorante así obtenido al ser incorpora-
do en poli(cloruro de vinilo), en un barniz, en una tinta
de estampación o en una masa de hilatura, proporciona tin-
ciones de color amarillo con buenas solidez frente al
5 calor, a la luz, a la exudación y a los disolventes.

Ejemplo 8.

5,6 partes en peso de éster metílico -(1)-
10 -dimetilamida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico son disuel-
tas en 8,3 partes en volumen de ácido clorhídrico (al 37%)
y 62 partes en volumen de agua. Arrojando hielo se enfría
a 0º y se diazota con 5 ml de solución 5 N de nitrito de
15 sodio. Se agita posteriormente durante 30 minutos, con
pequeño exceso de ácido nitroso y se destruye éste a con-
tinuación con ácido amidosulfónico.

La solución obtenida de sal de diazonio es
copulada, análogamente al modo de procedimiento indicado
en el Ejemplo 2, con 6,18 partes en peso de 5-acetoacetil-
20 amino-bencimidazolona. Después de terminada la copulación
se calienta a 90º, se mantiene durante 15 minutos a esta
temperatura, se aísla por filtración con succión el pro-
ducto previo de colorante de la fórmula 17



30 se lava con agua, se seca y se muele para formar un polvo



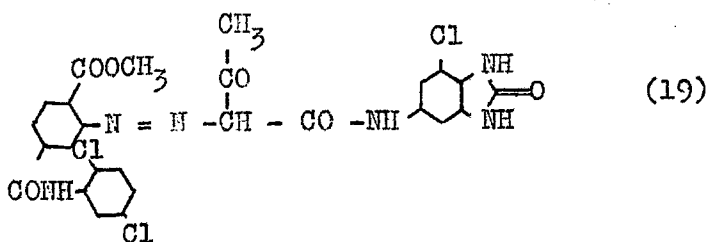
1500 partes en volumen de alcohol etílico, se calienta a elevada temperatura y con buena agitación se pone en ebullición bajo reflujo durante 30 minutos. Después de esto se filtra con succión a aproximadamente 70º, se lava con agua, se seca y se muele.

Si se transforman 0,8 partes en peso de este colorante igual que en el Ejemplo 6 en una tinta de impresión que contiene 10% en peso de pigmento y se imprime, resultan impresiones de color amarillo rojizo de elevada intensidad de color, buena pureza de color y muy buena solidez frente a la luz.

Ejemplo 10.

17 partes en peso de éster metílico-(1)-(2',5'-dicloro-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico son diazotadas análogamente al modo de trabajo descrito en el Ejemplo 1. La solución diazoica fuertemente ácida obtenida es neutralizada luego a pH 3,9 a 0-5ºC por adición gota a gota de lejía de sosa diluída. A esto se añade gota a gota lentamente bajo agitación una solución clarificada de 13,4 partes en volumen de 7-cloro-5-acetoacetilamino-bencimidazolona en 125 partes en volumen de agua y 11,2 partes en volumen de lejía de sosa (al 33%). Después de terminada la adición, está finalizada la copulación. Se calienta a 90º, se disminuye luego la temperatura a aproximadamente 70º por adición de agua fría, se filtra con succión el colorante de la fórmula

389310



5

y se lava con agua.

10

Para el tratamiento posterior, se agitan bien 187,3 partes en peso de torta comprimida húmeda (al 16,3%) en 790 partes en volumen de ácido acético glacial, se calienta a elevada temperatura y, con buen mezclado mecánico a fondo, se pone en ebullición bajo reflujo durante 30 minutos. Luego se deja enfriar a 80°, se filtra con succión, se lava con agua, se seca y se muele.

15

El colorante así obtenido, al ser incorporado en poli(cloruro de vinilo), en un barniz, en una tinta de estampación o en una masa de hilatura, proporciona tinciones de color amarillo con buena pureza, buena solidez frente al calor y a la emigración y muy buena solidez frente a la luz.

20

25

En la siguiente tabla se enumeran otros colorantes monoazoicos amarillos insolubles en agua con propiedades similares como pigmento, que pueden ser preparados de acuerdo con el procedimiento de los ejemplos precedentes y las anteriores explicaciones. Son caracterizados por los componentes diazoicos y los componentes de copulación que se utilizan para su preparación.

389310



Componente diazoico

Componente de
copulación

Ester metílico-(1)-(3',4'-dicloro-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	5-acetoacetilamino-bencimidazolona.
Ester metílico-(1)-(2',3'-dicloro-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico -(1)-(2',4'-dicloro-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester etílico-(1)-anilida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-(2'-cloro-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-(2'-bromo-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester etílico-(1)-(2',5'-dicloro-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-(2'-metil-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-(2'-metil-5'-cloro-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-(2'-metoxi-5'-cloro-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-(2'-cloro-5'-trifluorometil-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-(4'-isopropil-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-(4'-metoxi-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-(2'-cloro-5'-benzoilamino-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-(2'-fenoxi-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"

15.2.71

- 23 -

389310



Ester n-propílico-(1)-(4-sulfonamido-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	5-acetoacetilamino-bencimidazolona
Ester metílico-(1)-(2'-cloro-5'-carbonamido-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester n-butílico-(1)-anilida-(4)-de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester n-butílico-(1)-amida-(4)-de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester n-hexílico-(1)-amida-(4)-de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester ciclohexílico-(1)-amida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester bencílico-(1)-amida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-piperidida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester n-propílico-(1)-metilamida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-ciclohexilamida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-bencilamida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester dietílico de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester di-n-butílico de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester di-n-propílico de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester di-iso-butílico de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-éster-n-butílico-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester di-ciclohexílico de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester di-bencílico de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-anilida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"

24973

389310

17



Ester metílico-(1)-(2'-cloro-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

7-cloro-5-acetocetil-amino-benzimidazolona

Ester etílico-(1)-(2'-metil-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

Ester etílico-(1)-(2'-bromoanilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

Ester metílico-(1)-(2'-metoxi-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

Ester metílico-(1)-(2'-cloro-4'-metil-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

Ester metílico-(1)-(2'-trifluorometil-4'-cloro-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

Ester metílico-(1)-(2'-metoxi-5'-cloro-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

Ester metílico-(1)-(4'-acetamino-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

Ester metílico-(1)-(2'-cloro-5'-acetil-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

Ester metílico-(1)-(2'-carbometoxi-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

Ester metílico-(1)-(2'-fenoxi-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

Ester metílico-(1)-(2'-cloro-5'-carbonamido-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

Ester metílico-(1)-(2',4',5'-tricloro-anilida)-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

Ester iso-butílico-(1)-amida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

Ester etílico-(1)-amida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

Ester metílico-(1)-metilamida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

389310 17



Ester metílico-(1)-n-butilamida-(4)- de ácido 2-amino-tereftálico	7-cloro-5-acetoace- til-amino-bencimi- dazolona
Ester metílico-(1)-ciclohexilamida- -(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-bencilamida-(4)- de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-dietilamida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-(2'-metil-pipe- ridida)-(4) de ácido 2-amino-teref- tálico	"
Ester dietílico de ácido 2-amino- -tereftálico	"
Ester di-n-butílico de ácido 2- -amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-(2',5'-dicloro- -anilida)-(4) de ácido 2-amino- -tereftálico	6-cloro-5-acetoace- til-amino-bencimi- dazolona
Ester metílico-(1)-amida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester n-butílico-(1)-amida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-anilida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-(2'-cloro-5'-metil- -anilida)-(4) de ácido 2-amino-teref- tálico	"
Ester metílico-(1)-ciclohexilamida- -(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester dimetílico de ácido 2-amino- -tereftálico	"
Ester metílico-(1)-(2',5'-dicloro- -anilida)-(4) de ácido 2-amino-te- reftálico	7-bromo-5-acetoa- cetil-amino-ben- cimidadazolona
Ester metílico-(1)-amida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-metilamida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico	"
Ester metílico-(1)-(2',4'-dicloro- -anilida)-(4) de ácido 2-amino-te- reftálico	7-metoxi-5-acetoa- cetil-amino-benci- midazolona

24973

389310

17



Ester etílico-(1)-amida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

7-metoxi-5-acetoacetil-amino-bencimidazolona

Ester n-butílico-(1)-amida-(4) de ácido 2-amino-tereftálico

"

5 Esta solicitud, que corresponde a la pre-
sentada en República Federal Alemana el 24 de marzo de
1970, bajo el número P 20 13 984.8, se acoge a los bene-
ficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propie-
dad Industrial.

10

REIVINDICACIONES

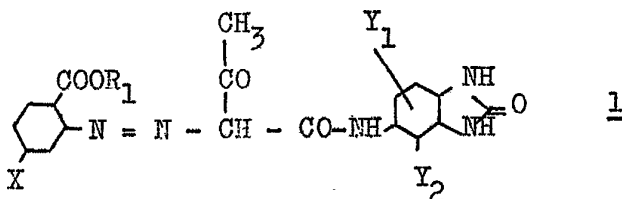
15

Los puntos de invención propia y nueva que
se presentan para que sean objeto de la presente Solicitud
de Patente de Invención en España por VEINTE años son los
siguientes:

20

1.- Procedimiento para la preparación de
colorantes monoazoicos amarillos insolubles en agua de
la fórmula general 1.

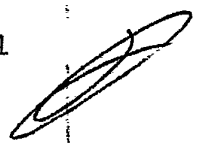
25



30

en la que R₁ significa un grupo alcoholo, cicloalcoholo
o aralcoholo, X significa un grupo de éster de ácido car-
boxílico o de amida de ácido carboxílico, Y₁ e Y₂ signifi-

15.2.71



389310

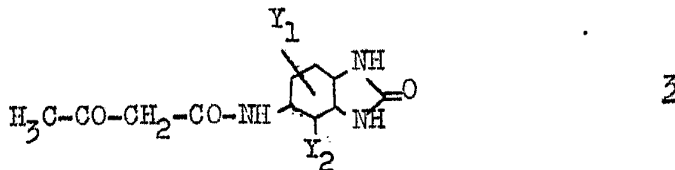
17



can átomos de hidrógeno, átomos de halógeno, preferible-
 mente átomos de cloro o de bromo, grupos alcohilo, prefe-
 riblemente grupos metilo, o grupos alcoxi, preferiblemen-
 te grupos metoxi y etoxi, caracterizado porque se copulan
 5 aminas diazotadas de la fórmula general 2



10 en la que R₁ y X tienen los significados precedentemente
 citados, con componentes de copulación de la fórmula gene-
 ral 3



15 en la que Y₁ e Y₂ tienen los significados precedentemente
 citados.

20 2.- PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION
 DE COLORANTES MONOZOICOS AMARILLOS.

Tal y como se ha descrito en la memoria
 que antecede y para los fines que se han especificado.

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

25

Madrid, 17 MAR 1971

P.A.

Alberto de Lizasoain
 Per Fedatario



S.A. 7

15.2.71

