

CASE 3-7836+

408465

408465



F.C. 24-5-75

Int. Cl.² C09B

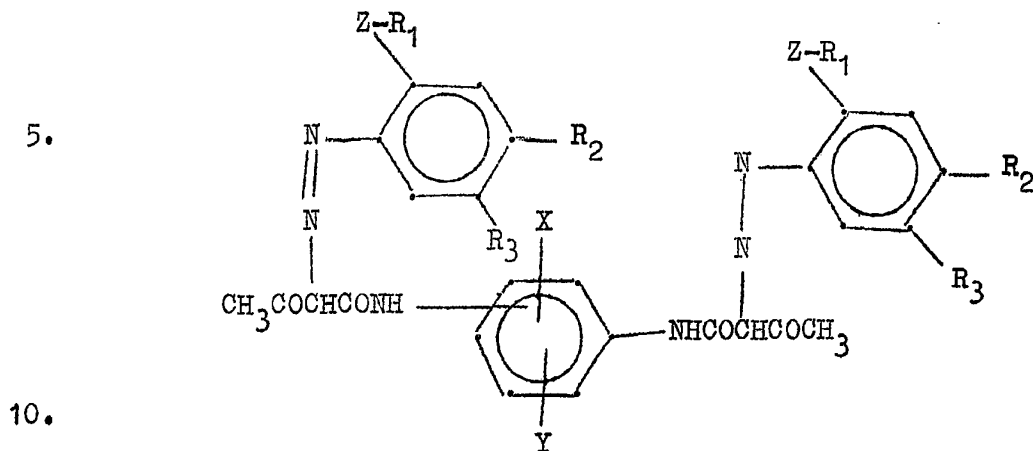
PATENTE
DE
INVENCION

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PIGMENTOS DISAZOICOS", a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza)

= o =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha encontrado, que se alcanzan nuevos pigmentos disazoicos valiosos de la fórmula



408465

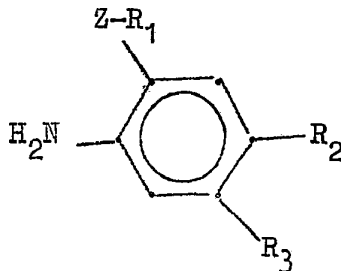


en la que

- R₁ significa un grupo de alquilo, alocoxialquilo o cicloalquilo, que contiene de 1 a 6 átomos de carbono, un grupo de aralquilo, ariloxilo o arilo,
- 5. R₂ significa el grupo Z-R₁ o un átomo de hidrógeno o de halógeno, un grupo nitro, de trifluorometilo, ciano o de alquilo, que contiene de 1 a 4 átomos de carbono,
- 10. R₃ significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de trifluorometilo,
- Z significa un átomo de azufre o de oxígeno,
- X significa un átomo de hidrógeno o de halógeno, un grupo de alquilo o de aloxilo, que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo nitro, ciano, de trifluorometilo, de amida de ácido carboxílico o de éster de ácido carboxílico, e
- 15. Y significa un átomo de hidrógeno o de halógeno, un grupo de alquilo, que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo nitro, ciano, de trifluorometilo, de éster de ácido carboxílico o de amida de ácido carboxílico,
- 20.

al copular en proporción molar 2:1, un compuesto diazoico o diazoamínico de una amina de la fórmula

25.

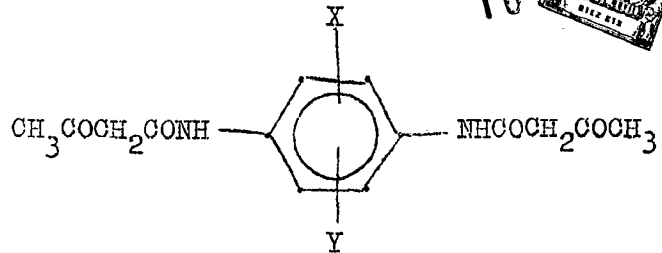


con una bis-acetoacetil-fenilendiamina de la fórmula

408465

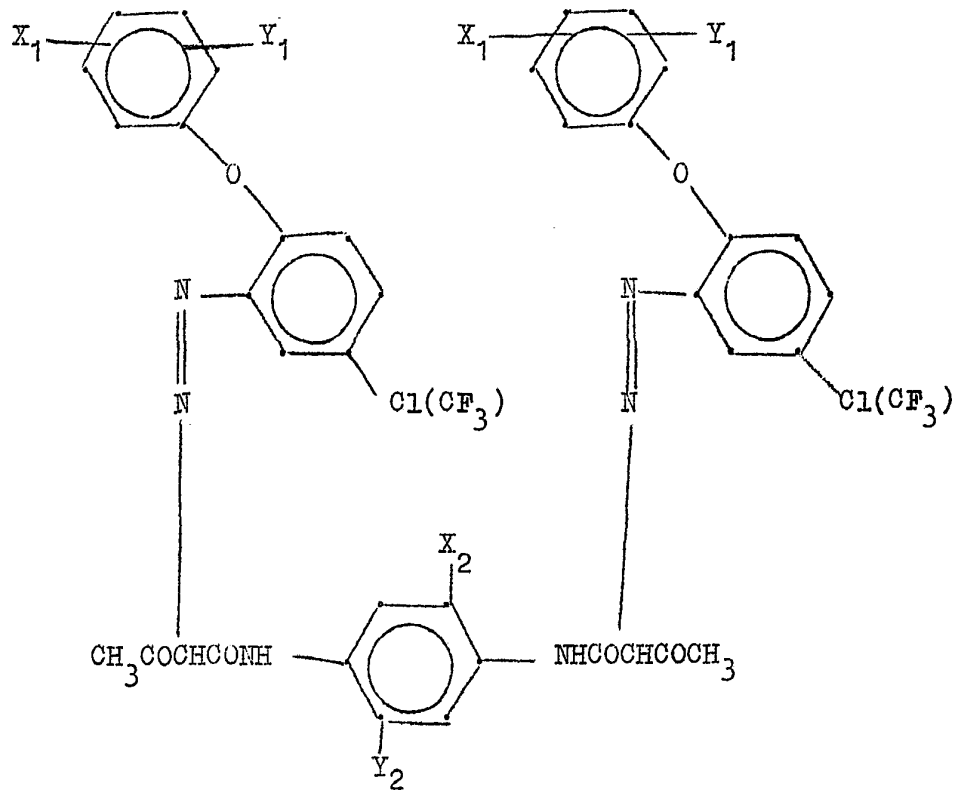


5.



10. Son de especial interés los pigmentos disazoicos de las fórmulas

15.



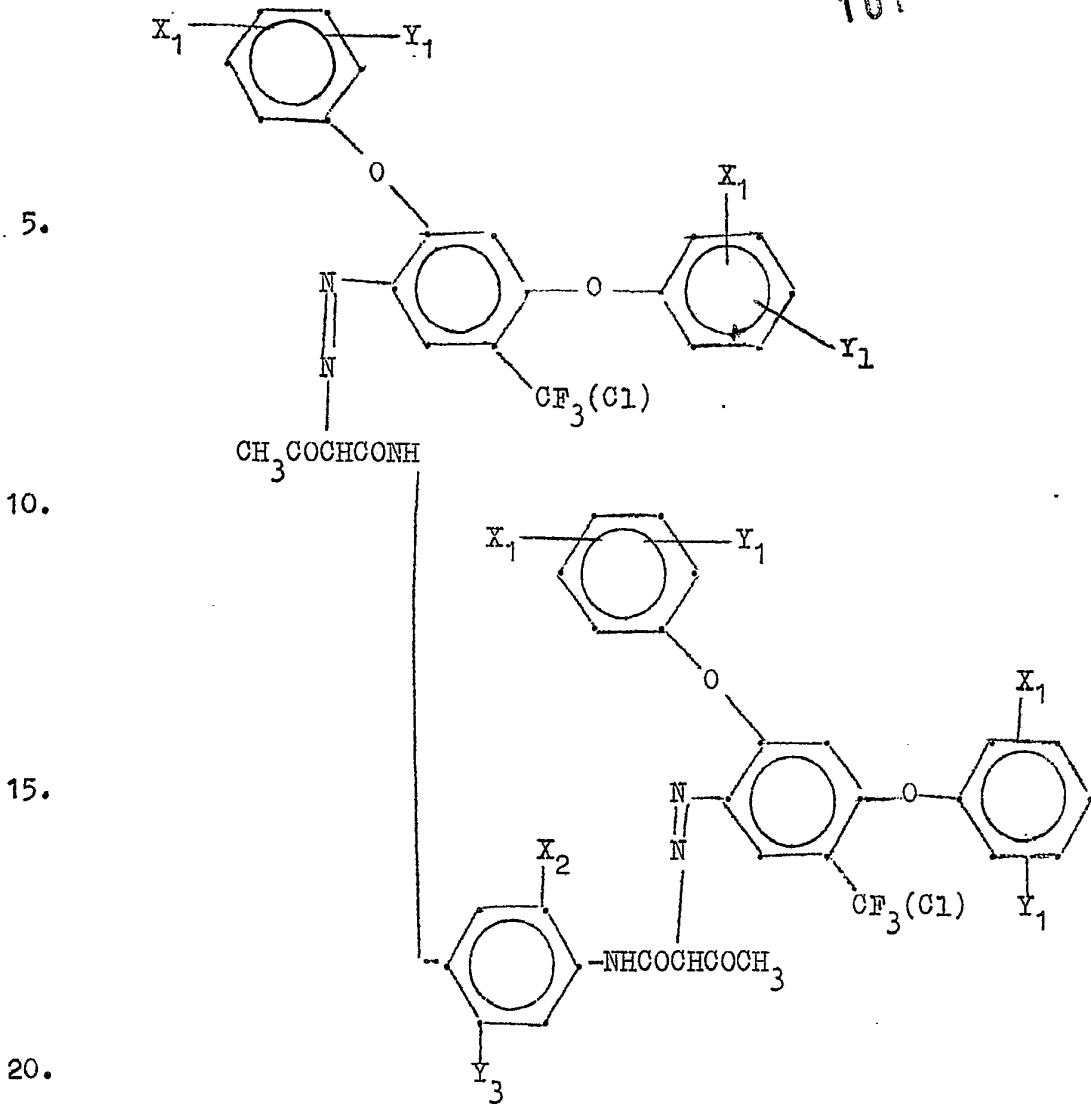
20.

25.

408465



10 NOV 1972



en las que

X_1, Y_1, X_2 e Y_3 significan átomos de hidrógeno o de halógeno, grupos de alquilo, alcoxilo o carbalcoxilo, que contienen de 1 a 6 átomos de carbono e

25.

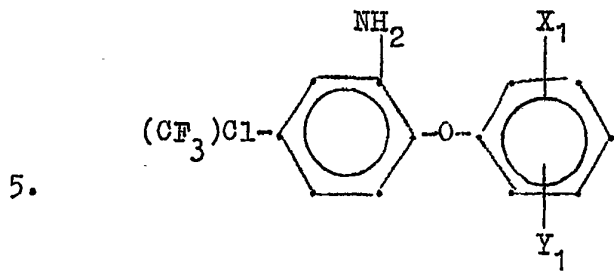
Y_2 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alquilo, que contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

En calidad de compuestos diazoicos se utilizan en

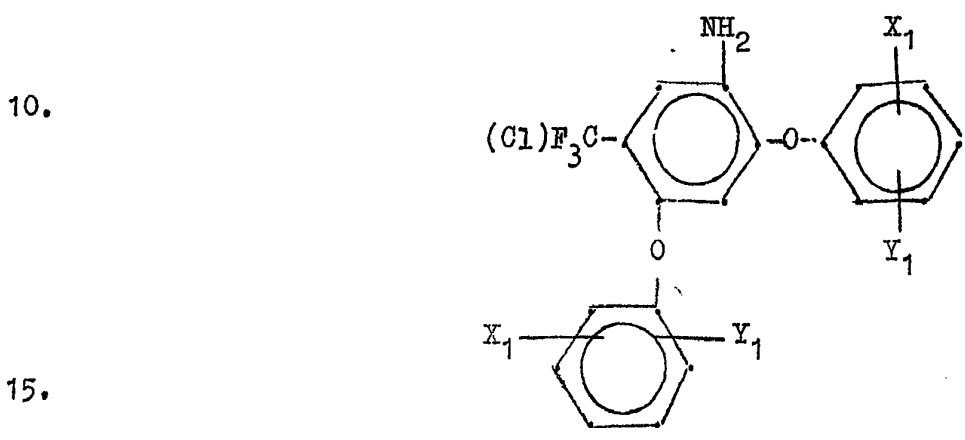
408465



especial los de las fórmulas



6



en las que

X₁ e Y₁ tienen la significación indicada.

Los componentes diazoicos se obtienen mediante reducción de ésteres nitrodifenílicos substituídos, que se prepararon a partir de nitroclorobenceno y derivados fenólicos bajo condiciones alcalinas en sulfóxido dimetílico o dimetilformamida.

20.

Como ejemplos se citan los componentes diazoicos conocidos siguientes:

- 25.
- el éter 2-amino-difenílico,
 - el éter 2-amino-2'-cloro-difenílico,
 - el éter 2-amino-4'-cloro-difenílico,
 - el éter 2-amino-4'-bromo-difenílico,
 - el éter 2-amino-2'-metoxi-difenílico,

408465



- el éter 2-amino-3'-metil-difenílico,
- el éter 2-amino-4'-fenil-difenílico,
- el éter 2-amino-2'-cloro-6'-metil-difenílico,
- el éter 2-amino-4-cloro-difenílico,
- 5. el éter 2-amino-4,2'-dicloro-difenílico,
- el éter 2-amino-4,4'-dicloro-difenílico,
- el éter 2-amino-4,4'-dicloro-tio-difenílico,
- el éter 2-amino-4-cloro-4'-metil-difenílico,
- el éter 2-amino-4-cloro-4'-etoxicarbonil-difenílico,
- 10. el éter 2-amino-4,4'-dicloro-3'-metil-difenílico,
- el éter 2-amino-4-cloro-3',5'-dimetil-difenílico,
- el éter 2-amino-4,2',4',6'-tetracloro-difenílico,
- el éter 2-amino-4--trifluormetil-difenílico,
- el éter 2-amino-4--trifluormetil-4'-cloro-difenílico,
- 15. el éter 2-amino-4--trifluormetil-4'-cloro-tio-difenílico,
- el éter 2-amino-4--trifluormetil-4'-metoxi-difenílico,
- el éter 2-amino-4--trifluormetil-2'-metil-4'-cloro-difení
lico,
- el éter 2-amino-4--trifluormetil-2',6'-dimetil-difenílico,
- 20. el éter 2-amino-4--trifluormetil-2',4',6'-tricloro-difení
lico,
- el éter 2-amino-4--trifluormetil-2',4',5'-tricloro-difení
lico,
- el éter 2-amino-4-metil-2'-cloro-difenílico,
- 25. el éter 2-amino-4-metil-4'-cloro-difenílico,
- el éter 2-amino-4-metoxi-2'-cloro-difenílico,
- el éter 2-amino-4-metoxi-4'-cloro-difenílico,
- el éter 2-amino-4-metoxi-4'-metil-difenílico,
- el éter 2-amino-4-metilmercapto-4'-cloro-difenílico,

408465

- 7 -



- 5, el éter 2-amino-6,4'-dicloro-difenílico,
el éter 2-amino-4-metil-4'-metoxi-difenílico,
el éter 2-amino-4'-nitro-difenílico,
el éter 2-amino-4,5-dicloro-difenílico,
el éter 2-amino-4,5,2'-tricloro-difenílico,
el éter 2-amino-4,5,4'-tricloro-difenílico,
el éter 2-amino-4,5-dicloro-3',5'-dimetil-difenílico,
el éter 2-amino-4,5,2',4',6'-pentacloro-difenílico,
el éter 2-amino-4,2'-dicloro-5-nitro-difenílico,
10. el éter 2-amino-fenil- $\overline{[4\text{-cloro-bencílico}]}$,
el éter 2-amino-4-cloro-fenol- $\overline{[bencílico]}$,
el éter 2-amino-4-trifluormetil- $\overline{[2\text{-cloro-bencílico}]}$,
el éter 2-amino-4,5-dicloro- $\overline{[4\text{-cloro-bencílico}]}$,
el éter 2-amino-2',4',6'-tricloro-difenílico,
15. el éter 2-amino-4,5-dicloro-4'-ciclohexil-difenílico,
el 2-amino-4-cloro-1- $\overline{[alfa\text{-naftoxi}]}$ -benceno,
el 2-amino-4-trifluormetil-1- $\overline{[beta\text{-naftoxi}]}$ -benceno,
el 2-amino-4,5-dicloro-1- $\overline{[5',6',7',8'\text{-tetrahidro-2'-naftoxi}]}$ -benceno
20. la 2,4-diciclohexiloxi-5-trifluormetilaniлина,
la 2,4-difenoxi-5-trifluormetilaniлина,
la 2,4-di-(o-metilfenoxi)-5-trifluormetilaniлина,
la 2,4-di-(p-metilfenoxi)-5-trifluormetilaniлина,
la 2,4-di-(p-metoxifenoxi)-5-trifluormetilaniлина,
25. la 2,4-di-(o-clorofenoxi)-5-trifluormetilaniлина,
la 2,4-di-(p-clorofenoxi)-5-trifluormetilaniлина,
la 2,4-di-(p-bromofenoxi)-5-trifluormetilaniлина,
la 2,4-di-(2',4'-diclorofenoxi)-5-trifluormetilaniлина,
la 2,4-di-(alfa-naftoxi)-5-trifluormetilaniлина,

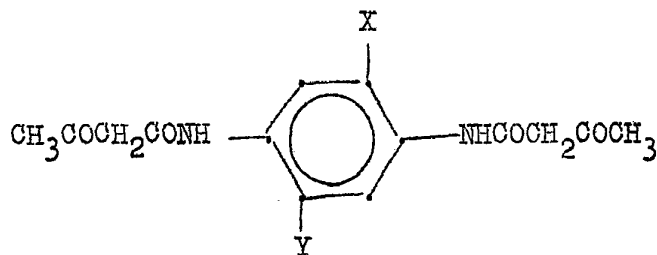
408465



- la 2,4-di-(beta-naftoxi)-5-trifluormetilnilina,
- la 2,4-di-(p-difeniloxi)-5-trifluormetilnilina,
- la 2,4-di-(2',4',5'-triclorofenoxi)-5-trifluormetilnilina,
- la 2,4-di-(2',3',4',5',6'-pentaclorofenoxi)-5-trifluorme
 5. tilnilina,
- la 2,4-di-(p.terciamilfenoxi)-5-trifluormetilnilina,
- la 2,4-difenilmercapto-5-trifluormetilnilina,
- la 2,4-difenoxi-5-cloroanilina,
- la 2,4-di-(o-metilfenoxi)-5-cloroanilina,
- 10. la 2,4-di-(p-metilfenoxi)-5-cloroanilina,
- la 2,4-di-(p-metoxifenoxi)-5-cloroanilina,
- la 2,4-di-(o-clorofenoxi)-5-cloroanilina,
- la 2,4-di-(p-clorofenoxi)-5-cloroanilina,
- la 2,4-di-(p-bromofenoxi)-5-cloroanilina,
- 15. la 2,4-di-(2',4'-diclorofenoxi)-5-cloroanilina,
- la 2,4-di-(alfa-naftoxi)-5-cloroanilina,
- la 2,4-di-(beta-naftoxi)-5-cloroanilina,
- la 2,4-di-(p-difeniloxi)-5-cloroanilina,
- la 2,4-di-(2',4',5'-triclorofenoxi)-5-cloroanilina,
- 20. la 2,4-di-(2',3',4',5',6'-pentaclorofenoxi)-5-cloroanilina,
- la 2,4-di-(p.terciamilfenoxi)-5-cloroanilina,
- la 2,4-difenilmercapto-5-cloroanilina.

Los componentes de copulación corresponden de pre-
ferencia a la fórmula

25,



408465⁹ -



1972

Los componentes de copulación se obtienen en forma sencilla mediante acción de diceteno o de éster acetacético sobre las fenilendiaminas conocidas correspondientes, como por ejemplo:

5. la 1,4-fenilendiamina,
la 2-cloro-1,4-fenilendiamina,
la 2-bromo-1,4-fenilendiamina,
la 2-trifluormetil-1,4-fenilendiamina,
la 2-ciano-1,4-fenilendiamina,
10. la 2-metil-1,4-fenilendiamina,
la 2-metoxi-1,4-fenilendiamina,
la 2-etoxi-1,4-fenilendiamina,
la 2-propoxi-1,4-fenilendiamina,
la 2-iso-propoxi-1,4-fenilendiamina,
15. la 2-butoxi-1,4-fenilendiamina,
la 2-fenoxi-1,4-fenilendiamina,
la 2-nitro-1,4-fenilendiamina,
la 1,4-fenilendiamina de amida de ácido 2-carboxílico,
la 1,4-fenilendiamina de éster metílico de ácido 2-carboxílico,
20. la 1,4-fenilendiamina de éster etílico de ácido 2-carboxílico,
la 1,4-fenilendiamina del éster etílico del ácido 2,4-dicarboxílico,
25. la 2,3-dicloro-1,4-fenilendiamina,
la 2,5-dicloro-1,4-fenilendiamina,
la 2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina,
la 2,6-bis-trifluormetil-1,4-fenilendiamina,
la 2,6-dibromo-1,4-fenilendiamina,

1408465

10 NOV 1972



- la 2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina,
- la 2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina,
- la 2-cloro-5-etoxi-1,4-fenilendiamina,
- la 2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina,
- 5. la 2-metil-5-metoxi-1,4-fenilendiamina,
- la 2-metil-5-etoxi-1,4-fenilendiamina,
- la 2-metil-5-propoxi-1,4-fenilendiamina,
- la 2-metil-5-iso-propoxi-1,4-fenilendiamina,
- la 2-metil-5-butoxi-1,4-fenilendiamina,
- 10. la 1,3-fenilendiamina,
- la 4-cloro-1,3-fenilendiamina,
- la 4-bromo-1,3-fenilendiamina,
- la 2-metil-1,3-fenilendiamina,
- la 4-metil-1,3-fenilendiamina,
- 15. la 4-metoxi-1,3-fenilendiamina,
- la 2,4-dicloro-1,3-fenilendiamina,
- la 2,5-dicloro-1,3-fenilendiamina,
- la 4,6-dicloro-1,3-fenilendiamina,
- la 4,6-dimetil-1,3-fenilendiamina,
- 20. la 2,6-dimetil-1,3-fenilendiamina,

25. La copulación tiene lugar de preferencia en medio débilmente ácido, convenientemente en presencia de agentes usuales aceleradores de la copulación. Como tales se citan en especial los agentes dispersantes, por ejemplo los sulfonatos de aralquilo, como el bencensulfonato dodecílico, o el ácido 1,1'-dinaftilmetan-2,2'-disulfónico o los productos de policondensación de óxido de alquileo. La dispersión de los componentes de copulación puede también contener en forma ventajosa coloides protectores, por ejemplo celulosa metilica

408465



1912

5. o pequeñas dosis de disolventes inertes, orgánicos, difícilmente solubles en agua o insolubles, por ejemplo hidrocarburos aromáticos eventualmente halogenados o nitrados, como benceno, tolueno, xileno, clorobenceno, diclorobenceno o nitrobenceno, así como hidrocarburos halogenados alifáticos, como por ejemplo tetracloruro de carbono o tricloro-etileno, además disolventes orgánicos miscibles con agua, como acetona, metiletilcetona, metanol, etanol o isopropanol.

10. La copulación puede realizarse también ventajosamente en la forma de que se unen continuamente en una tobera de mezcla una solución ácida de la sal de diazonio con una solución alcalina del componente de copulación, con lo que se efectúa una copulación inmediata de los componentes. Se debe prestar atención a que los componentes diazoicos y los
15. componentes de copulación estén presentes en las toberas de mezcla en dosis equimoleculares, para lo cual se muestra como ventajoso utilizar un escaso exceso del componente diazoico. Esto se efectúa en forma sencilla mediante control del valor de pH del líquido en la tobera de mezcla. Asimismo
20. debe procurarse en la tobera de mezcla una fuerte turbulencia de ambas soluciones. La dispersión de colorante originada se retira fluyendo de la tobera de mezcla y el colorante se separa mediante filtración.

25. La copulación también se puede efectuar en la forma de que un compuesto diazoamínico de la amina a utilizar en calidad de componente diazoico se calienta con la diacetilarilendiamina en un disolvente orgánico, eventualmente en un disolvente acuoso o bien orgánico, de preferencia en presencia de un ácido.

408465

10 NOV. 1972



- Los compuestos arildiazoamínicos a utilizar según el procedimiento se obtienen por procedimiento conocido mediante copulación de una sal de arildiazonio con una amina primaria o de preferencia con una amina secundaria. Para este objeto son apropiadas las aminas más diferentes, por ejemplo las aminas alifáticas, como la metilamina, la etilamina, la etanolamina, la propilamina, la butilamina, la hexilamina y en especial la dimetilamina, la dietilamina o la dibutilamina, la metil-etanolamina, la dipropilamina o la dibutilamina, el ácido aminoacético, el ácido metilaminoacético, el ácido butilaminoacético, el ácido aminoetansulfónico, el ácido metilaminoetansulfónico, el ácido guaniletansulfónico, el ácido beta-amino-etilsulfúrico, las aminas alifáticas, como la ciclohexilamina, la N-metilciclohexilamina, la diciticlohexilamina, las aminas aromáticas, como el ácido 4-aminobenzoico, el ácido sulfanílico, el ácido 4-sulfo-2-aminobenzoico, la (4-sulfofenil)-guanidina, el ácido 4-N-metilaminobenzoico, el ácido 4-etilaminobenzoico, el ácido 1-aminonaftalinsulfónico, el ácido 1-aminonaftalin-2,4-disulfónico, las aminas heterocíclicas, como la piperidina, la morfolina, la pirrolidina, el dihidroindol y por último asimismo la cianamida sódica o la diciandiamida.

- En general, los compuestos diazoamínicos obtenidos son difícilmente solubles en agua fría y pueden separarse, del medio reaccional en forma cristalizada, eventualmente tras salificación. En muchos casos la torta húmeda se utiliza para la reacción ulterior. En casos particulares puede mostrarse como conveniente deshidratar las diazoamidadas antes de la reacción mediante secado por vacío o tras

408465



1972

suspensión de la torta húmeda en un disolvente, eliminar el agua mediante destilación azeotrópica.

- La copulación del compuesto diazoamínico con la bis-acetoacetyl-fenilendiamina se efectúa en un disolvente orgánico, por ejemplo clorobenceno, o-diclorobenceno, nitrobenzoceno, piridina, etilenglicol, éter monometílico o monoetilico de etilenglicol, dimetilformamida, N-metilpirrolidina, ácido fórmico o ácido acético. No es necesario la utilización de disolventes, que son miscibles con agua, utilizar el compuesto diazoamínico en forma exenta de agua. Pueden utilizarse por ejemplo las tortas húmeda de agua. El desdoblamiento que precede a la copulación, del compuesto diazoamínico se efectúa en medio ácido. Si se utiliza disolvente neutro, es necesaria la adición de un ácido, por ejemplo ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido fórmico, ácido acético, ácido cloroacético o ácido propiónico.

- La copulación se realiza convenientemente en caliente, de preferencia a temperaturas entre 80 y 180°C y en general transcurre muy rápidamente y en forma total.
- Gracias a su insolubilidad los pigmentos obtenidos pueden aislarse de la mezcla reaccional por filtración. Se muestra como ventajoso tratar posteriormente los pigmentos obtenidos con un disolvente orgánico, de preferencia que hierva por encima de 100°C. Como especialmente apropiados se muestran los bencenos sustituidos mediante átomos de halógeno, grupos de alquilo o de nitro, como xileno, clorobenceno, o-diclorobenceno o nitrobenzoceno, así como bases de piridina, como piridina, picolina o quinolina, además cetonas, como ciclohexanona, éteres, como éter

408465



monometílico o monoetilico de etilenglicol, amidas, como dimetilformamida o N-metil-pirrolidona, así como sulfoxo-
na.

5. El tratamiento posterior se efectúa de preferen-
cia mediante calentamiento de 100 a 150°C del pigmento en
el disolvente, con lo que en muchos casos se origina una
formación de granos gruesos, lo que actúa favorablemente
sobre la solidez a la luz y a la migración de los pigmen-
tos obtenidos.
10. Por último, la copulación también puede efectuar
se de modo que la amina a diazoar se suspende con los com-
ponentes de copulación en proporción molar 2:1 en un disol-
vente orgánico y se trata con un agente diazoante, en es-
pecial un éster del ácido nitroso, como nitrito de metilo,
15. etilo, butilo, amilo u octilo.
- Los nuevos colorantes se muestran como pigmentos
valiosos, que pueden utilizarse en forma finamente dividi-
da para pigmentar material orgánico de alto peso molecular,
por ejemplo, éteres y ésteres de celulosa, como la celulo-
20. sa etílica, el acetato de celulosa, el butirato de celulo-
sa, las superpoliamidas o bien los superpoliuretanos o los
poliésteres, las resinas naturales o las resinas sintéti-
cas, como las resinas de polimerización o las resinas de
policondensación, por ejemplo los aminoplastos, en espe-
25. cial las resinas de urea y de melamina-formaldehído, las
resinas alquídicas, los fenoplastos, los policarbonatos,
las poliolefinas, como poliestireno, el cloruro de polivi-
nilo, el polietileno, el polipropileno, el poliacrilonitri-
lo, los ésteres de ácido poliacrílico, la goma, la caseína,

408465



la silicona y las resinas de silicona, unitariamente o en mezclas.

5. Para ello es indistinto que los compuestos de alto peso molecular citados estén presentes como masas plásticas, masas fundidas o en forma de soluciones para hilaturas, lacas, sustancias para pinturas o colores para impresión. Según cada objeto de utilización se muestra como ventajoso utilizar los nuevos pigmentos como viradores o forma de preparados.
10. Los preparados pueden contener por ejemplo junto al pigmento puro, todavía resinas naturales, por ejemplo ácido abietínico o sus ésteres, etilcelulosa, acetobutirato de celulosa, sales alcalinotérreas de ácidos grasos superiores, aminas grasas, por ejemplo estearilamina o rocinamina,
15. copolimerizados de cloruro de vinilo-acetato de vinilo, poliacrilonitrilo o resinas politerpénicas o colorantes acuosolubles, por ejemplo ácidos sulfónicos de colorante o sus sales alcalinotérreas.

20. En los ejemplos siguientes, las partes, mientras no se indique lo contrario, significan partes en peso, los porcentajes tantos por ciento sobre el peso, y las temperaturas se indican en grados Celsius.

Ejemplo 1.-

25. 20,3 partes de éter 2-amino-4,4'-dicloro-difenílico se deslíen en 300 partes en volumen de ácido acético glacial con 25 partes en volumen de ácido clorhídrico concentrado, con lo que se forma el clorhidrato de la base. Luego se enfria a -5° mediante adición de 300 partes de hielo y se diazoa mediante adición de 24 partes en volumen de ni-

408465



trito de sodio 4n. La solución diazoica amarilla se agita a 0-5° hasta que solo son perceptibles trazas de ácido nitroso. Luego la solución diazoica se filtra por clarificación mediante adición de un poco de carbón activo. El filtrado se lleva a un pH de 4 mediante adición de 48 partes de acetato sódico exento de agua. Simultáneamente se disuelven 13,0 partes de 2-metil-5-cloro-1,4-bis-acetoacetilaminobenceno con 12 partes en volumen de lejía de sosa al 40% en 800 partes de agua y se adiciona 5 partes de sulfuricnoleato n-butílico. Esta solución se filtra por clarificación con 0,5 partes de carbón activo y luego se introduce a gotas bajo buena agitación en 1-1½ horas a la solución diazoica. La temperatura de la mezcla reaccional se eleva con ello a 15-20°. Tras finalizar la adición a gotas ya no es perceptible compuesto diazoico en la mezcla. Se agita durante una hora a temperatura ambiente, luego se calienta en una hora a 80-85°, se filtra caliente y se lava hasta quedar exento de sal con agua caliente. Tras el secado en vacío a 95-100° se obtienen 28,0 partes de un colorante amarillo de la fórmula

5.

10. Se agrega a la solución diazoica 10 partes de acetato sódico exento de agua. Simultáneamente se disuelven 13,0 partes de 2-metil-5-cloro-1,4-bis-acetoacetilaminobenceno con 12 partes en volumen de lejía de sosa al 40% en 800 partes de agua y se adiciona 5 partes de sulfuricnoleato n-butílico. Esta solución se filtra por clarificación con 0,5 partes de carbón activo y luego se introduce a gotas bajo buena agitación en 1-1½ horas a la solución diazoica. La temperatura de la mezcla reaccional se eleva con ello a 15-20°. Tras finalizar la adición a gotas ya no es perceptible compuesto diazoico en la mezcla. Se agita durante una hora a temperatura ambiente, luego se calienta en una hora a 80-85°, se filtra caliente y se lava hasta quedar exento de sal con agua caliente. Tras el secado en vacío a 95-100° se obtienen 28,0 partes de un colorante amarillo de la fórmula

10.

15. Se agrega a la solución diazoica 15 partes de acetato sódico exento de agua. Simultáneamente se disuelven 13,0 partes de 2-metil-5-cloro-1,4-bis-acetoacetilaminobenceno con 12 partes en volumen de lejía de sosa al 40% en 800 partes de agua y se adiciona 5 partes de sulfuricnoleato n-butílico. Esta solución se filtra por clarificación con 0,5 partes de carbón activo y luego se introduce a gotas bajo buena agitación en 1-1½ horas a la solución diazoica. La temperatura de la mezcla reaccional se eleva con ello a 15-20°. Tras finalizar la adición a gotas ya no es perceptible compuesto diazoico en la mezcla. Se agita durante una hora a temperatura ambiente, luego se calienta en una hora a 80-85°, se filtra caliente y se lava hasta quedar exento de sal con agua caliente. Tras el secado en vacío a 95-100° se obtienen 28,0 partes de un colorante amarillo de la fórmula

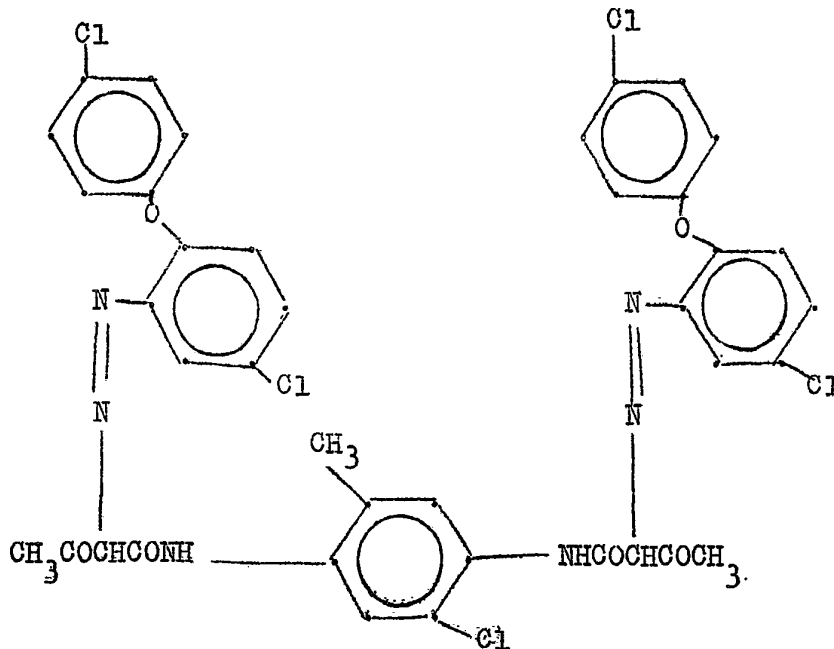
15.

20. Se agrega a la solución diazoica 20 partes de acetato sódico exento de agua. Simultáneamente se disuelven 13,0 partes de 2-metil-5-cloro-1,4-bis-acetoacetilaminobenceno con 12 partes en volumen de lejía de sosa al 40% en 800 partes de agua y se adiciona 5 partes de sulfuricnoleato n-butílico. Esta solución se filtra por clarificación con 0,5 partes de carbón activo y luego se introduce a gotas bajo buena agitación en 1-1½ horas a la solución diazoica. La temperatura de la mezcla reaccional se eleva con ello a 15-20°. Tras finalizar la adición a gotas ya no es perceptible compuesto diazoico en la mezcla. Se agita durante una hora a temperatura ambiente, luego se calienta en una hora a 80-85°, se filtra caliente y se lava hasta quedar exento de sal con agua caliente. Tras el secado en vacío a 95-100° se obtienen 28,0 partes de un colorante amarillo de la fórmula

20.

amarillo de la fórmula

25.



1408465



1972

- 28 partes del pigmento así obtenido se deslíen durante 8 horas a 145-150° en 600 partes en volumen de nitrobenzeno. Con ello el colorante adopta una forma cristalina homogénea. Bajo el microscopio se distinguen finas partículas amarillas con una longitud de 10 micras. Se filtra a 140°, se lava con celosolve hirviente hasta que lo filtrado se vuelve incoloro, luego se desplaza el celosolve mediante dimetilformamida y por último se lava una vez más con etanol. Tras el secado se obtiene 22 partes de un colorante de pigmento amarillo brillante. Tiñe materia sintética, como cloruro de polivinilo en tonos amarillo verdosos con solidez característica a la migración. El tratamiento en disolvente orgánico puede realizarse también directamente con la torta del filtro húmeda y secado previo. Así la torta húmeda puede desleirse a 100-120° en picolina, se filtra, se lava con metanol y a continuación con ácido clorhídrico diluido, o la torta húmeda se deslíe en clorobenceno, o-diclorobenceno o nitrobenzeno y se libera de agua mediante destilación azeotrópica y luego se elabora como se ha descrito anteriormente. El colorante tiñe cloruro de polivinilo en tonos amarillos de solidez características a la luz y a la migración.

En la siguiente tabla se describen otros colorantes, que se obtienen mediante copulación de las bases diazoadas de la columna I con las arilidas bisacetoacéticas de las diamidas de la columna II. La columna III indica el tono de color de las láminas de cloruro de polivinilo teñidas con 0,2 % de estos pigmentos.

408465



T A B L A

Ejemplo número	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacético de la diamina	Función al 0,2% en cloruro de polivinilo	
5.	2	éter 2-amino-4-cloro-difenílico	1,4-fenilendiamina	amarillo
	3	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	"
	4	"	2-bromo-1,4-fenilendiamina	"
10.	5	"	2-trifluormetil-1,4-fenilendiamina	"
	6	"	2-ciano-1,4-fenilendiamina	"
	7	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	"
15.	8	"	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo verdoso
	9	"	2-nitro-1,4-fenilendiamina	amarillo
	10	"	1,4-fenilendiamina de amida de ácido 2-carboxílico	"
20.	11	"	1,4-fenilendiamina de éster metílico de ácido 2-carboxílico	"
	12	"	2,5-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
	13	"	2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
25.	14	"	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	"
	15	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
	16	"	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	"
	17	"	2,3,5-tricloro-1,4-fenilendiamina	"

408465



Continuación de la Tabla

Ejemplo número	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacético de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo
5. 18	éter 2-amino-4-cloro-difenílico	1,3-fenilendiamina	amarillo
19	"	4-cloro-1,3-fenilendiamina	"
20	"	2-metil-1,3-fenilendiamina	"
10. 21	"	4-metil-1,3-fenilendiamina	"
22	"	4-metoxi-1,3-fenilendiamina	"
23	"	2,4-dicloro-1,3-fenilendiamina	"
15. 24	"	4,6-dimetil-1,3-fenilendiamina	"
25	éter 2-amino-4,2'-dicloro-difenílico	1,4-fenilendiamina	"
26	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	"
20. 27	"	2-bromo-1,4-fenilendiamina	"
28	"	2-trifluormetil-1,4-fenilendiamina	"
29	"	2-ciano-1,4-fenilendiamina	"
25. 30	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	"
31	"	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo rojizo
32	"	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo
33	"	2-nitro-1,4-fenilendiamina	"

408 465



Continuación de la Tabla

Ejemplo n.º	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacético de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo	
5.	34	éster 2-amino-4,2'-dicloro-difenílico	1,4-fenilendiamina de éster metílico de ácido 2-carboxílico	amarillo
	35	"	2,3-dicloro-1,4-fenilendiamina	amarillo verdoso
	36	"	2,5-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
10.	37	"	2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
	38	"	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	amarillo
	39	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
	40	"	2-cloro-5-etoxi-1,4-fenilendiamina	"
15.	41	"	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	"
	42	"	1,3-fenilendiamina	amarillo verdoso
	43	"	4-cloro-1,3-fenilendiamina	"
20.	44	"	4-bromo-1,3-fenilendiamina	amarillo
	45	"	2-metil-1,3-fenilendiamina	"
	46	"	4-metil-1,3-fenilendiamina	"
25.	47	"	4-metoxi-1,3-fenilendiamina	"
	48	"	2,4-dicloro-1,3-fenilendiamina	"
	49	"	2,5-dicloro-1,3-fenilendiamina	"
	50	"	4,6-dicloro-1,3-fenilendiamina	"

408465

- 21 -

Continuación de la Tabla 10



Ejemplo núm.	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacético de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo
5.			
51	éter 2-amino-4,2'-diclorodifenílico	4,6-dimetil-1,3-fenilendiamina	amarillo
52	"	2,6-dimetil-1,3-fenilendiamina	"
53	éter 2-amino-4,4'-diclorodifenílico	1,4-fenilendiamina	amarillo verdoso
10.			
54	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	amarillo
55	"	2-ciano-1,4-fenilendiamina	"
56	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	"
15.			
57	"	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
58	"	2-nitro-1,4-fenilendiamina	"
59	"	1,4-fenilendiamina de amida de ácido 2-carboxílico	amarillo rojizo
20.			
60	"	2,5-dicloro-1,4-fenilendiamina	amarillo
61	"	2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
62	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
25.			
63	"	2-cloro-5-etoxi-1,4-fenilendiamina	"
64	"	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	"
65	"	2,5-dietoxycarbonil-1,4-fenilendiamina	"
66	"	2,3-dicloro-1,4-fenilendiamina	"

408465



Continuación de la Tabla

Ejemplo núm.	Base diazoi- ca	Compuesto bis-acetoacetil- lico de la diamina	Tinción al 0,2% en clo- ruro de pic- livinilo
5.			
67	éter 2-amino- 4,4'-dicloro- difenílico	1,3-fenilendiamina	amarillo verdoso
68	"	4-cloro-1,3-fenilendia- mina	"
69	"	4-bromo-1,3-fenilencia- mina	amarillo
10.			
70	"	2-metil-1,3-fenilendia- mina	"
71	"	4-metil-1,3-fenilendia- mina	"
72	"	4-metoxi-1,4-fenilendia- mina	"
15.			
73	"	2,4-dicloro-1,3-fenilen- diamina	"
74	"	2,5-dicloro-1,3-fenilen- diamina	"
75	"	4,6-dicloro-1,3-fenilen- diamina	"
20.			
76	"	4,6-dimetil-1,3-fenilen- diamina	"
77	"	2,6-dimetil-1,3-fenilen- diamina	"
78	éter 2-amino- 4-cloro-4'- etoxicarbonil- difenílico	1,4-fenilendiamina	amarillo verdoso
25.			
79	"	2-cloro-1,4-fenilendia- mina	amarillo
80	"	2-bromo-1,4-fenilendia- mina	"
81	"	2-ciano-1,4-fenilendia- mina	"

408 465



1972

Continuación de la Tabla

Ejemplo número	Base diazoi- ca	Compuesto bis-acetoacetí- lico de la diamina	Tinción al 0,2% en clo- ruo de po- livinilo
5. 82	éter-2-amino- 4-cloro-4'- etoxycarbonil- difenílico	2-metil-1,4-fenilendia- mina	amarillen to nafan- ja
83	"	2-metoxi-1,4-fenilendia- mina	"
84	"	2-fenoxi-1,4-fenilendia- mina	"
10. 85	"	2-nitro-1,4-fenilendia- mina	"
86	"	2,3-dicloro-1,4-fenilen- diamina	amarillo
87	"	2,5-dicloro-1,4-fenilen- diamina	"
15. 88	"	2,6-dicloro-1,4-fenilen- diamina	"
89	"	2,6-bis-trifluormetil- 1,4-fenilendiamina	"
90	"	2,6-dibromo-1,4-fenilen- diamina	"
91	"	2-cloro-5-metil-1,4-feni- lendiamina	"
20. 92	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fe- nilendiamina	"
93	"	2-cloro-5-etoxi-1,4-feni- lendiamina	"
94	"	2,5-dimetil-1,4-fenilen- diamina	"
25. 95	"	2-metil-5-metoxi-1,4-fe- nilendiamina	"
96	"	2-metil-5-etoxi-1,4-feni- lendiamina	"
97	"	2-metil-5-propoxi-1,4-fe- nilendiamina	"
98	"	2-metil-5-iso-propoxi-1,4- -fenilendiamina	"

408465

Continuación de la Tabla

Ejemplo número	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacético de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo
5.			
99	éter-2-amino-4-cloro-4'-dioxycarbonil-difenílico	2-metil-5-butoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo
100	"	1,3-fenilendiamina	amarillo verdoso
101	"	4-cloro-1,3-fenilendiamina	"
10.			
102	"	4-bromo-1,3-fenilendiamina	"
103	"	2-metil-1,3-fenilendiamina	"
104	"	4-metoxi-1,3-fenilendiamina	"
15.			
105	"	2,4-dicloro-1,3-fenilendiamina	"
106	"	2,5-dicloro-1,3-fenilendiamina	"
107	"	4,6-dimetil-1,3-fenilendiamina	"
20.			
108	éter 2-amino-4-trifluormetil-4'-cloro-difenílico	1,4-fenilendiamina	"
109	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	amarillo
110	"	2-bromo-1,4-fenilendiamina	"
25.			
111	"	2-trifluormetil-1,4-fenilendiamina	"
112	"	2-ciano-1,4-fenilendiamina	"
113	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	amarillo verdoso

408 465



1972

Continuación de la Tabla

Ejemplo núm.	Base diazoi - ca	Compuesto bis-acetoacetí- lico de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo
5.			
114	éter 2-amino-4-trifluormetil-4'-cloro-difenílico	2-metoxi-1,4-fenilendia- mina	amarillo verdoso
115	"	2-etoxi-1,4-fenilendia- mina	"
10.			
116	"	2-nitro-1,4-fenilendia- mina	"
117	"	2-aminocarbonil-1,4-fe- nilendiamina	"
118	"	2,3-dicloro-1,4-fenilen diamina	amarillo
119	"	2,5-dicloro-1,4-fenilen diamina	"
15.			
120	"	2,6-dicloro-1,4-fenilen diamina	"
121	"	2-cloro-5-metil-1,4-fe- nilendiamina	"
122	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fe nilendiamina	"
20.			
123	"	2-cloro-5-etoxi-1,4-fe- nilendiamina	"
124	"	2,5-dimetil-1,4-fenilen diamina	"
125	"	2-metil-5-metoxi-1,4-fe nilendiamina	"
25.			
126	"	2-metil-5-etoxi-1,4-fe- nilendiamina	"
127	"	1,3-fenilendiamina	amarillo verdoso
128	"	4-cloro-1,3-fenilendia- mina	amarillo
129	"	4-metil-1,3-fenilendia- mina	"

10 NOV. 1971



408465

Continuación de la Tabla

Ejemplo número	Base diazotica	Compuesto bis-acetoacético de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo
5.			
130	éter 2-amino-4-trifluormetil-4'-clorodifenílico	4-metoxi-1,3-fenilendiamina	amarillo
	"	2,4-dicloro-1,3-fenilendiamina	"
10.			
132	"	2,5-dicloro-1,3-fenilendiamina	"
133	éter 2-amino-4-trifluormetil-2',4',5'-triclorodifenílico	1,4-fenilendiamina	amarillo verdoso
	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	amarillo
15.			
135	"	2-bromo-1,4-fenilendiamina	"
	"	2-trifluormetil-1,4-fenilendiamina	"
	"	2-ciano-1,4-fenilendiamina	"
20.			
138	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	"
	"	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo anaranjado
	"	2-etoxi-1,4-fenilendiamina	"
	"	2-propoxi-1,4-fenilendiamina	"
25.			
142	"	2-fenoxi-1,4-fenilendiamina	"
	"	2-nitro-1,4-fenilendiamina	"
143	"	2-nitro-1,4-fenilendiamina	"
	"	2-metoxycarbonil-1,4-fenilendiamina	"
144	"	2-metoxycarbonil-1,4-fenilendiamina	"

408465

- 27 -

Continuación de la Tabla



10 072

Ejemplo número	Base diazoi - ca	Compuesto bis-acetoacético de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo
5. 145	éter 2-amino-4-trifluorometil-2',4',5'-triclorodifenílico	2,5-dicloro-1,4-fenilendiamina	amarillo verdoso
146	"	2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
10. 147	"	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	"
148	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
149	"	2-cloro-5-etoxi-1,4-fenilendiamina	"
15. 150	"	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	"
151	"	1,3-fenilendiamina	amarillo
152	"	4-cloro-1,3-fenilendiamina	"
153	"	4-bromo-1,3-fenilendiamina	"
20. 154	"	2-metil-1,3-fenilendiamina	"
155	"	4-metil-1,3-fenilendiamina	"
156	"	4-metoxi-1,3-fenilendiamina	"
157	"	2,4-dicloro-1,3-fenilendiamina	"
25. 158	"	2,5-dicloro-1,3-fenilendiamina	"
159	2,4-di-(p-metilfenoxi)-5-cloroanilina	1,4-fenilendiamina	"
160	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	"

408465

- 28 -



Continuación de la Tabla

Ejemplo número	Base diazotica	Compuesto bis-acetoacético de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo
5.			
161	2,4-di-(p-metilfenoxi)-5-cloroanilina	2-bromo-1,4-fenilendiamina	amarillo
162	"	2-trifluormetil-1,4-fenilendiamina	"
163	"	2-ciano-1,4-fenilendiamina	"
10.			
164	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	"
165	"	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
166	"	2-fenoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo anaranjado
15.			
167	"	2-nitro-1,4-fenilendiamina	"
168	"	2-metoxicarbonil-1,4-fenilendiamina	"
169	"	2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
20.			
170	"	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	amarillo rojizo
171	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
172	"	2-cloro-5-etoxi-1,4-fenilendiamina	"
173	"	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	"
25.			
174	"	2,5-dimetoxi-1,4-fenilendiamina	"
175	"	2-metoxi-5-etoxi-1,4-fenilendiamina	"
176	"	2-metoxi-5-propoxi-1,4-fenilendiamina	"



1972

408465

Continuación de la Tabla

Ejemplo número	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacético de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo
5. 177	2,4-di-(p-metilfenoxi)-5-cloroanilina	2,5-dietoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo rojizo
178	"	1,3-fenilendiamina	amarillo
179	"	4-cloro-1,3-fenilendiamina	"
10. 180	"	4-bromo-1,3-fenilendiamina	"
181	"	2-metil-1,3-fenilendiamina	"
182	"	4-metil-1,3-fenilendiamina	"
15. 183	"	2,6-dimetil-1,3-fenilendiamina	"
184	2,4-di-(p-clorofenoxi)-5-trifluormetil-anilina	1,4-fenilendiamina	"
185	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	"
20. 186	"	2-bromo-1,4-fenilendiamina	"
187	"	2-trifluormetil-1,4-fenilendiamina	"
188	"	2-ciano-1,4-fenilendiamina	"
189	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	"
25. 190	"	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
191	"	2-etoxi-1,4-fenilendiamina	"
192	"	2-propoxi-1,4-fenilendiamina	"

408465

10 NOV. 1972



Continuación de la Tabla

Ejemplo número	Base diazoi - ca	Compuesto bis-acetoacetil- ico de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo
5.			
193	2,4-di-(p-clo rofenoxi)-5- trifluormetil- anilina	2-propoxi-1,4-fenil- endiamina	amarillo
194	"	2-nitro-1,4-fenilendia- mina	amarillo rojizo
10.			
195	"	2-aminocarbonil-1,4-fe - nilendiamina	"
196	"	etoxi carbonil-1,4-fenil- endiamina	"
197	"	2,5-dietoxi carbonil-1,4- fenilendiamina	"
198	"	2,3-dicloro-1,4-fenilen- diamina	"
15.			
199	"	2,5-dicloro-1,4-fenilen- diamina	"
200	"	2,6-dicloro-1,4-fenilen- diamina	"
201	"	2-cloro-5-metil-1,4-fe - nilendiamina	"
20.			
202	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fe nilendiamina	"
203	"	2-cloro-5-etoxi-1,4-fe nilendiamina	amarillo rojizo
204	"	2,5-dimetil-1,4-fenil - endiamina	"
25.			
205	"	2,5-dimetoxi-1,4-fenil- endiamina	"
206	"	2,5-dietoxi-1,4-fenilen- diamina	"
207	"	2,5-dipropoxi-1,4-fenil endiamina	"
208	"	2-metoxi-5-etoxi-1,4-fe nilendiamina	"

1408465



Continuación de la Tabla

Ejemplo número	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacético de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo
5.			
209	2,4-di-(p-clorofenoxi)-5-trifluormetil anilina	1,3-fenilendiamina	amarillo rojizo
210	"	4-cloro-1,3-fenilendiamina	"
10,			
211	"	4-bromo-1,3-fenilendiamina	"
212	"	2-metil-1,3-fenilendiamina	"
213	"	4-metil-1,3-fenilendiamina	"
214	"	4-metoxi-1,3-fenilendiamina	"
15,			
215	"	2,4-dicloro-1,3-fenilendiamina	"
216	éter 2-amino-4-trifluormetil-4'-metil-difenílico	1,4-fenilendiamina	amarillo
20.			
217	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	"
218	"	2-ciano-1,4-fenilendiamina	"
219	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	"
220	"	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo rojizo
25.			
221	"	2-fenoxi-1,4-fenilendiamina	"
222	"	2-nitro-1,4-fenilendiamina	"
223	"	2-aminocarbonil-1,4-fenilendiamina	"
224	"	2-metoxycarbonil-1,4-fenilendiamina	"

408465



Continuación de la tabla

Ejemplo número	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacetílico de la diamina	Tinción al 0,2 % en cloruro de polivinilo
5.			
225	éter 2-amino-4-trifluorometil-4'-metil-difenílico	2,5-dicloro-1,4-fenilendiamina	amarillo rojizo
226	"	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	"
10.			
227	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
228	"	1,3-fenilendiamina	"
229	"	4-cloro-1,3-fenilendiamina	"
230	"	2-metil-1,3-fenilendiamina	"
15.			
231	éter 2-amino-4-trifluorometil-3'-metil-5'-clorodifenílico	1,4-fenilendiamina	"
232	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	"
20.			
233	"	2-trifluorometil-1,4-fenilendiamina	"
234	"	2-ciano-1,4-fenilendiamina	"
235	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	"
236	"	2,3-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
25.			
237	"	2,5-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
238	2-etoxi-4,5-dicloro-anilina	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	"
239	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"

408465



Continuación de la Tabla

Ejemplo número	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacético de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo
5.			
240	2-etoxi-4,5-dicloro-anilina	2-cloro-etoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo rojizo
241	"	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	"
242	"	1,3-fenilendiamina	"
10.			
243	"	4-cloro-1,3-fenilendiamina	"
244	"	2-metil-1,3-fenilendiamina	"
245	"	4-metil-1,3-fenilendiamina	"
15.			
246	2,4-di-(beta-naftoxi)-5-cloroanilina	1,4-fenilendiamina	amarillo
247	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	"
248	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	"
249	"	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
20.			
250	"	2-nitro-1,4-fenilendiamina	"
251	"	2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
252	"	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	"
253	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
25.			
254	"	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	"
255	"	2-metil-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
256	"	1,3-fenilendiamina	"

10 NOV. 

408 465

Continuación de la Tabla

Ejemplo número	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacetílico de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo
5.			
257	2,4-di-(beta-naftoxi)-5-cloroanilina	4-cloro-1,3-fenilendiamina	amarillo
258	"	4-metoxi-1,3-fenilendiamina	"
259	"	2,5-dimetoxi-1,4-fenilendiamina	"
10.			
260	"	2,5-dietoxi-1,4-fenilendiamina	"
261	"	2,5-dipropoxi-1,4-fenilendiamina	"
262	"	di-iso-propoxi-1,4-fenilendiamina	"
15.			
263	"	2-metoxi-5-etoxi-1,4-fenilendiamina	"
264	"	2-metoxi-5-propoxi-1,4-fenilendiamina	"
265	2-etoxietoxi-5-trifluormetil-anilina	1,4-fenilendiamina	amarillo verdoso
20.			
266	"	2,5-dicloro-fenilendiamina	"
267	2-fenoxietoxi-5-trifluormetil-anilina	1,4-fenilendiamina	"
268	"	2,5-dicloro-fenilendiamina	"
25.			
269	eter-2-amino-4-trifluormetil-2'-metil-difenílico	1,4-fenilendiamina	amarillo
270	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	"
271	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	"

408 465 - 35 -



Continuación de la tabla

Ejemplo número	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacetilico de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo
5. 272	éter-2-amino-4-trifluormetil-2'-metil-difenílico	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo
273	"	2-nitro-1,4-fenilendiamina	amarillo verdoso
274	"	2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
10. 275	"	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	"
276	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo
277	"	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	"
15. 278	"	2-metil-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
279	"	1,3-fenilendiamina	"
280	"	4-cloro-1,3-fenilendiamina	"
281	"	4-metil-1,3-fenilendiamina	"
20. 282	"	1-fenilendiamina	"
283	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	"
284	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	amarillo verdoso
285	"	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
25. 286	"	2-nitro-1,4-fenilendiamina	"
287	"	2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
288	"	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	"

408465



10 NOV.

Continuación de la tabla

Ejemplo número	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacetílico de la diamina	Tinción al 0,2 % en cloruro de polivinilo	
5.	289	éster-2-amino-4-trifluormetil-2',4'-dicloro-difenílico	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo rojizo
	290	"	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	"
	291	"	2-metil-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
10.	292	"	1,3-fenilendiamina	amarillo
	293	"	4-cloro-1,3-fenilendiamina	"
	294	"	4-metil-1,3-fenilendiamina	"
	295	éster-2-amino-4-trifluormetil-2'-cloro-difenílico	1,4-fenilendiamina	"
15.	296	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	"
	297	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	"
	298	"	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
20.	299	"	2-nitro-1,4-fenilendiamina	"
	300	"	2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
	301	"	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	"
25.	302	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
	303	"	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	"
	304	"	2-metil-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"

408 465



Continuación de la Tabla

Ejemplo número	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacetilico de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo	
5.	305	éter-2-amino-4-trifluormetil-2'-cloro-difenilico	1,3-fenilendiamina	amarillo
	306	"	4-cloro-1,3-fenilendiamina	"
	307	"	4-metil-1,3-fenilendiamina	"
10.	308	2,4-difenoxi-5-cloro-anilina	1,4-fenilendiamina	"
	309	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	"
	310	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	"
15.	311	"	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
	312	"	2-fenoxi-1,4-fenilendiamina	"
	313	"	2-nitro-1,4-fenilendiamina	amarillo anaranjado
20.	314	"	2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
	315	"	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	"
	316	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
	317	"	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	"
25.	318	"	2-metil-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
	319	"	2,5-dimetoxi-1,4-fenilendiamina	"
	320	"	1,3-fenilendiamina	amarillo

1408465



10 NO

Continuación de la Tabla

ejemplo número	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacetílico de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo
5. 321	2,4-difenoxi-5-cloro-anilina	4-cloro-1,3-fenilendiamina	amarillo
322	2,4-di-(p-clorofenoxi)-5-cloro-anilina	1,4-fenilendiamina	"
323	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	"
10. 324	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	"
325	"	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
326	"	2-fenoxi-1,4-fenilendiamina	"
15. 327	"	2-nitro-1,4-fenilendiamina	"
328	"	2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
329	"	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	"
330	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
20. 331	"	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	"
332	"	2-metil-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
333	"	2,5-dimetoxi-1,4-fenilendiamina	"
25. 334	"	1,3-fenilendiamina	"
335	"	4-cloro-1,3-fenilendiamina	"
336	2,4-di-(2'4'-diclorofenoxi)-5-cloro-anilina	1,4-fenilendiamina	"

408465



Continuación de la Tabla

Ejemplo número	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacético de la diamina	Tinción al 0,2% en cloruro de polivinilo
5. 337	2,4-di-(2',4'-diclorofenoxi)-5-cloro-anilina	2-cloro-1,4-fenilendiamina	amarillo
338	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	"
339	"	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
10. 340	"	2-fenoxi-1,4-fenilendiamina	"
341	"	2-nitro-1,4-fenilendiamina	amarillo anaranjado
342	"	2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
15. 343	"	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	"
344	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
345	"	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	"
346	"	2-metil-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
20. 347	"	2,5-dimetoxi-1,4-fenilendiamina	"
348	"	1,3-fenilendiamina	amarillo
349	"	4-cloro-1,3-fenilendiamina	"
25. 350	2,4-di-(3',5'-dimetilfenoxi)-5-cloro-anilina	1,4-fenilendiamina	"
351	"	2-cloro-1,4-fenilendiamina	"
352	"	2-metil-1,4-fenilendiamina	"



Continuación de la Tabla

Ejemplo número	Base diazoica	Compuesto bis-acetoacetílico de la diamina	Tinción al 0,2 % en cloruro de polivinilo
5. 353	2,4-di-(3',5'dimetilfenoxi)-5-cloro-anilina	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo
354	"	2-fenoxi-1,4-fenilendiamina	"
355	"	2-nitro-1,4-fenilendiamina	"
10. 356	"	2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina	"
357	"	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	"
358	"	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
15. 359	"	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	"
360	"	2-metil-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	"
361	"	2,5-dimetoxi-1,3-fenilendiamina	"
20. 362	"	1,3-fenilendiamina	"
363	"	4-cloro-1,3-fenilendiamina	"

Ejemplo 364.-

25. 65 partes de cloruro de polivinilo estabilizado, 35 partes de ftalato dioctílico y 0,2 partes del colorante obtenido según el ejemplo 1 se deslienan entre sí y luego se laminan en vaivén sobre una calandria de 2 cilindros durante 7 minutos a 140°. Se obtiene una lámina tejida de color amarillo de buena solidez a la luz y a la migración.

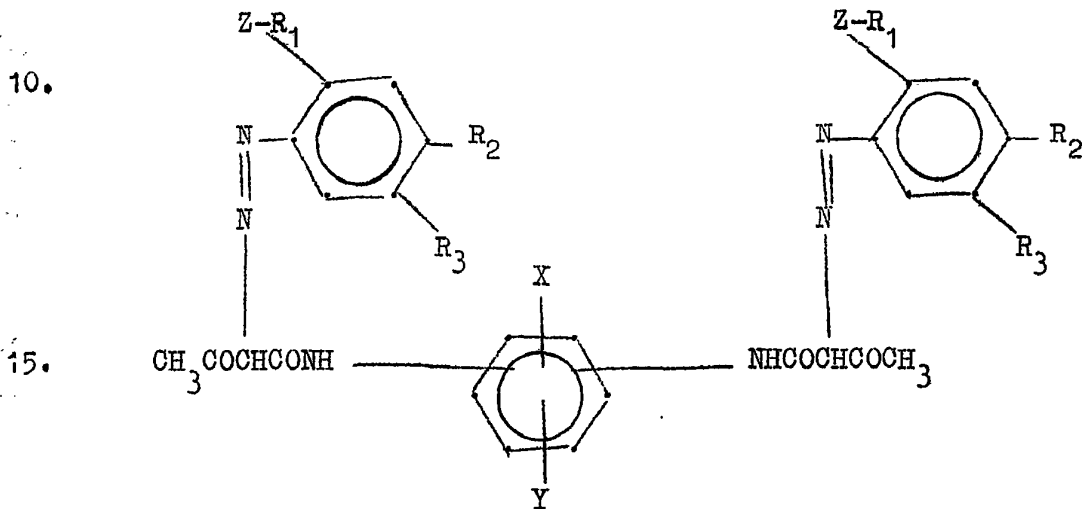


REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patentes suizas nº 16374/71

5. del 11 de Noviembre de 1971 y nº 13806/72 del 21 Septiembre de 1972.

1.- Procedimiento para la preparación de pigmentos disazoicos de la fórmula



- 20.
- 25.
- en la que R_1 significa un grupo de alquilo, alcoxilalquilo o cicloalquilo que contiene de 1 a 6 átomos de carbono, un grupo de aralquilo, ariloxilo o arilo, R_2 significa el grupo $Z-R_1$ o un átomo de hidrógeno o de halógeno, un grupo nitrógeno, de trifluormetilo, ciano, o de alquilo, que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, R_3 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de trifluormetilo, Z significa un átomo de azufre o de oxígeno, X significa un átomo de hidrógeno o de halógeno, un grupo de alquilo o de alcóxido, que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo nitrógeno, ciano, de trifluormetilo, de amida de ácido carboxílico o de éster de ácido carboxílico, Y significa un átomo de hi-

408465

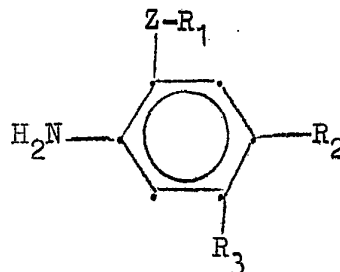
- 42 -



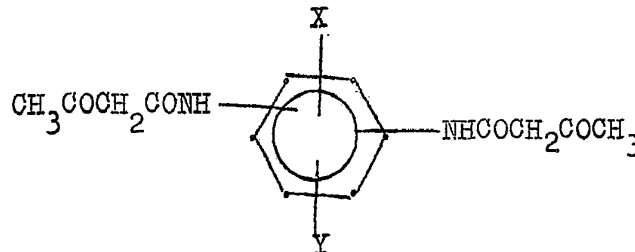
408465

drógeno o de halógeno, un grupo de alquilo o de alcoxilo, que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo nitro, de trifluormetilo, ciano, de amida de ácido carboxílico o de éster de ácido carboxílico, (cuando R_2 representa un átomo

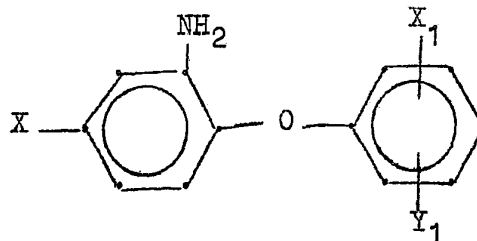
5. de halógeno o un grupo de trifluormetilo o el radical $Z-R_1$) o Y significa un átomo de hidrógeno o de halógeno, un grupo de alquilo, que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo nitro, ciano, de trifluormetilo, de éster de ácido carboxílico o de amida de ácido carboxílico, (cuando R_2 representa un átomo de hidrógeno), caracterizado porque se copula en proporción molar 2:1 un compuesto diazoico o diazoamínico de una amina de la fórmula



con una bis-acetoacetilfenilendiamina de la fórmula



25. 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque en calidad de componente diazoico se utiliza una amina de la fórmula



13

408465

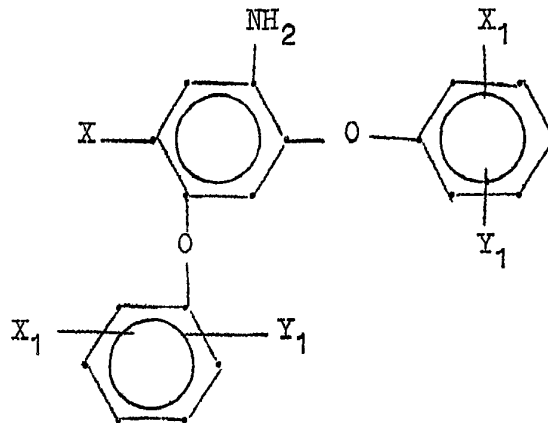
- 43 -



408465

en la que X significa halógeno o CF_3 y X_1 e Y_1 significan átomos de hidrógeno o de halógeno, grupos de alquilo, alcoxi lo o carbalcoxilo, que contienen de 1 a 4 átomos de carbono.

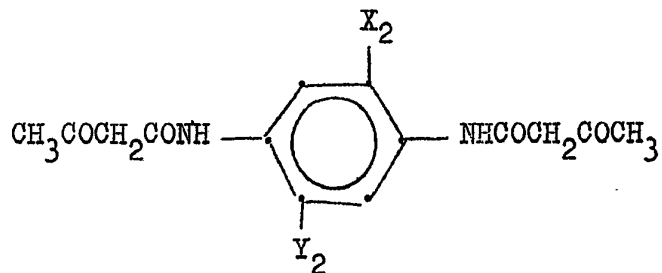
- 3.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque como componente diazoico se utiliza una amina de la fórmula
- 5.



15. en la que X significa halógeno o CF_3 y X_1 e Y_1 tienen la significación indicada en la reivindicación 2.

- 4.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se utiliza un componente de copulación de la fórmula

20.



25. en la que X_2 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno, un grupo de alquilo o de alcoxi lo, que contiene de 1 a 4 átomos de carbono e Y_2 significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alquilo, que contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

408465

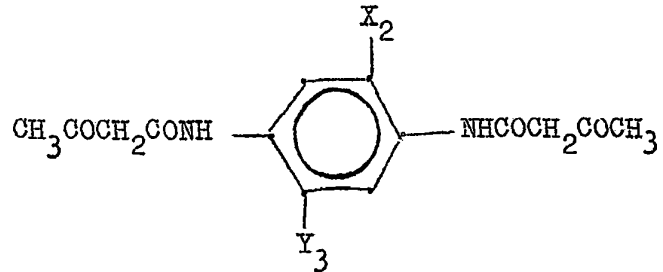
- 44 -



408465

5.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 y 3, caracterizado porque se utiliza un componente de copulación de la fórmula

5.



10.

en la que X_2 e Y_3 significan átomos de hidrógeno o de halógeno, grupos de alquilo o de alcoxilo, que contienen de 1 a 4 átomos de carbono.

6.- Procedimiento para la preparación de pigmentos disazoicos.

15.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 44 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 10 Noviembre de 1972

JAIME ISERN

p. a.

p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO

MLA