



414468

PATENTE DE INVENCION

Case 150-3387.

3700/JK/Ce.

Int. Cl.:	C07D
-----------	------

*Memoria Descriptiva*

sobre:

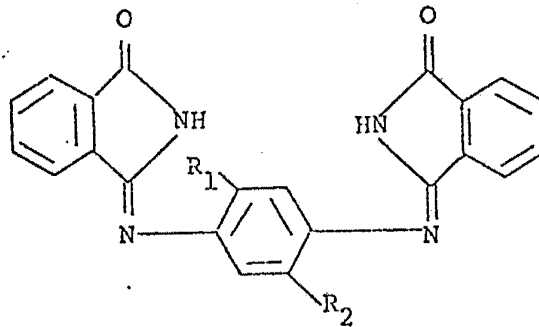
PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COMPUESTOS  
DE IMINO-ISOINDOLINONA

-----

*Solicitante:* SANDOZ, A.G., entidad suiza, residente en BASILEA,  
Suiza.

-----

La presente invención se refiere a un procedimien-  
to para preparar compuestos de imino-isoindolinona de poca  
solubilidad en agua, de fórmula I:

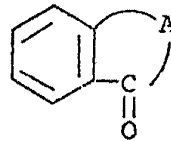


I

en la que  $R_1$  y  $R_2$ , que pueden ser iguales o diferentes, significan, cada una, un átomo de flúor, un átomo de cloro, un átomo de bromo, un radical metilo, un radical metoxi o un radical etoxi.

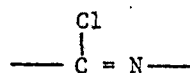
5

La invención proporciona asimismo un procedimiento para la producción de compuestos de la fórmula I, definida más arriba, el que se caracteriza por el hecho de que se condensa un compuesto de la fórmula II,



II

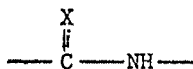
en la que A significa una estructura (a)



(a)

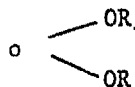


o una estructura (b),



(b)

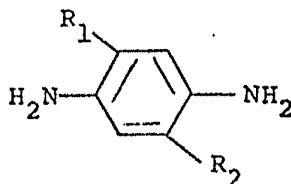
en la que X significa  $\begin{array}{l} \text{Cl} \\ \text{---} \\ \text{Cl} \end{array}$ , =S, =NH



en la que R significa un radical alquilo,

5

con un compuesto de la fórmula III,



III

en la que R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> son tales como definidas más arriba,  
o con una sal neutra del compuesto de la fórmula III.

La condensación se efectúa ventajosamente en un disolvente  
10 orgánico polar, por ejemplo en un alcohol, alcohol etílico, N-dial-  
quilacilamida o dimetil-sulfóxido. Conviene efectuar la reacción a  
temperaturas de hasta 200°C, preferiblemente entre 70° y 140°C. La  
reacción transcurre suavemente si se utiliza una sal neutra, por ejem-  
plo una sal formada con un ácido fuerte, tal como el clorhidrato o  
15 el sulfato del compuesto de la fórmula III. En los casos, en los que

se emplea la diamina libre, correspondiente a la fórmula III, se aconseja de efectuar la condensación en presencia de un ácido, tal como el ácido acético glacial, para ligar el amoníaco que se viene liberando durante la reacción. Debido a que la condensación comprende dos moles del compuesto de la fórmula II por un mol del compuesto de la fórmula III, se prefiere emplear los compuestos en una relación molar correspondiente. Entre los compuestos de la fórmula II se prefiere aquel en que A significa la estructura (b) y X significa =NH. En los compuestos de la fórmula II, en los cuales A significa la estructura (b) y X significa  $\begin{matrix} \text{OR} \\ \diagup \\ \text{OR} \end{matrix}$ , se prefiere que R signifique un radical alquilo conteniendo de 1 a 6, preferiblemente de 1 a 4 átomos de carbono.

Los compuestos de la fórmula I resultantes pueden aislarse de manera usual.

Los compuestos de la fórmula II, en la que A significa la estructura (a), pueden obtenerse convenientemente mediante disociación del cloruro de hidrógeno, de manera convencional, a partir del compuesto de la fórmula II, en la que A significa la estructura (b) y X significa  $\begin{matrix} \text{Cl} \\ \diagup \\ \text{Cl} \end{matrix}$ .

En los compuestos de la fórmula I preferidos, los símbolos R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> significan, independientemente, un átomo de cloro o de bromo.

Los compuestos de la fórmula I son pigmentos. Dichos compuestos, en especial después del acondicionamiento usual para los colorantes de pigmento, son adecuados, por ejemplo, para la pigmenta-



- 5 - 414468

150-3387

ción de masas de materiales poliméricos sintéticos con o sin disol-  
ventes. Entre dichos materiales poliméricos sintéticos se entienden  
los polímeros sintéticos y resinas sintéticas, tales como polietile-  
no, poliestireno, cloruro de polivinilo, caucho artificial y cuero  
5 artificial. Los compuestos son adecuados asimismo para la coloración  
de emulsiones destinadas a pintura, y de otros recubrimientos a ba-  
se de aceite, de agua o de un disolvente; son adecuados como coloran-  
tes de tintas gráficas y también adecuados para el teñido en la masa  
de viscosa y de acetato de celulosa para la producción de filamentos  
10 teñidos. Los compuestos pueden utilizarse asimismo para la coloración  
de masas de papel antes de la formación de éstas en papel, así como  
para el teñido y recubrimiento de textiles. La aplicación de los com-  
puestos de la fórmula I se efectúa por métodos convencionales.

En los sustratos arriba citados, los compuestos de la fór-  
15 mula I muestran características excelentes en cuanto a una buena trans-  
parencia y estabilidad al calor, unidas a excelentes propiedades de  
solidez a la migración y a la luz, así como una solidez al sobrela-  
cado.

En los Ejemplos siguientes, que ilustran la invención más  
20 detalladamente, todas las partes y los porcentajes se entienden en  
peso y las temperaturas se indican en grados centígrados.

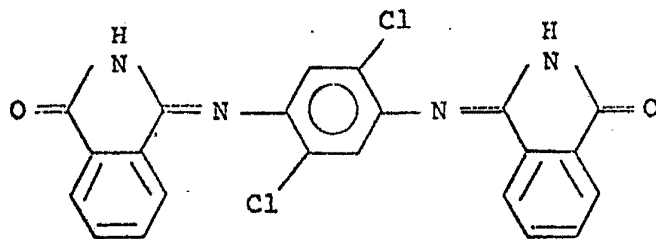


414468

EJEMPLO 1:

Se disuelven 32 partes de 3-imino-iso-indolinona y 25 partes de clorhidrato de 2,5-dicloro-1,4-diaminobenceno en 500 partes de orto-diclorobenceno y se deja reaccionar durante 16 horas a 130°-140° con fuerte agitación. El precipitado amarillo que se viene formando se filtra con succión a 100°, se lava sucesivamente con orto-diclorobenceno caliente, metanol y agua, y se seca a 100°. El producto bruto se disuelve, a 60°, en una mezcla de 500 partes de alcohol etílico y 25 partes de una solución al 33% de hidróxido de sodio. Después de añadir carbón activado, se agita la solución durante poco tiempo y luego se la filtra. El filtrado se acidifica con 15 partes de ácido acético con el fin de precipitar el pigmento; éste se separa en caliente por filtración, se lava con alcohol etílico y agua, y se seca a 100°.

Se obtiene un pigmento de alto poder tintóreo y que corresponde a la fórmula





T a b l a

Ejemplo Nr.	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	Tonalidad
3	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>	amarillo
4	-Cl	-CH <sub>3</sub>	amarillo tirando a verde
5	-OCH <sub>3</sub>	-OCH <sub>3</sub>	amarillo tirando a rojo
6	-OCH <sub>3</sub>	-Cl	amarillo
7	-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	amarillo tirando a rojo
8	-Br	-Br	amarillo tirando a verde
9	-Br	-CH <sub>3</sub>	amarillo tirando a verde

EJEMPLO DE APLICACION

0,5 parte del pigmento producido de acuerdo con el Ejemplo 1 y 5 partes de un pigmento blanco de dióxido de titanio se mezclan íntimamente junto con 100 partes de un material a moldear que consta de:

- 63 partes de una emulsión de cloruro de polivinilo,
- 32 partes de un agente ablandador de dioctil-ftalato,
- 3 partes de un agente ablandador comercial de epóxido,
- 1,5 parte de un estabilizador comercial (un complejo de bario/cadmio), y

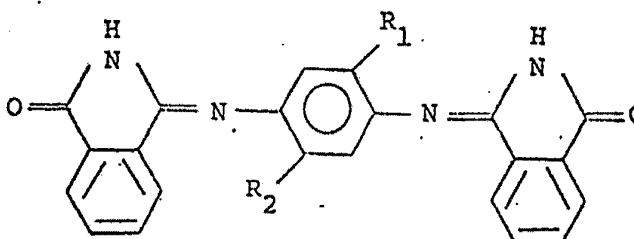


Dicho pigmento es excelentemente adecuado para la pigmentación de polímeros sintéticos y de recubrimientos, y se destaca por muy buenas propiedades de solidez a la luz y a la migración, estabilidad al calor y solidez al sobrelacado.

5 E J E M P L O 2:

Se agregan 17,7 partes de 2,5-dicloro-1,4-diaminobenceno a una solución de 35 partes de 3-cloro-1-oxoiso-indolinona en 400 partes de 1,2-diclorobenceno. Se calienta la mezcla de la reacción hasta 150°, con agitación, y se continúa agitando en esta temperatura hasta que el desprendimiento de cloruro de hidrógeno haya cesado. El pigmento precipitado se filtra a 100°, se lava, primero con 1,2-diclorobenceno caliente, luego con metanol y, finalmente, con agua, y se seca. El pigmento obtenido de este modo es idéntico al pigmento descrito en el Ejemplo 1.

15 En la Tabla siguiente se indican ulteriores pigmentos que corresponden a la fórmula



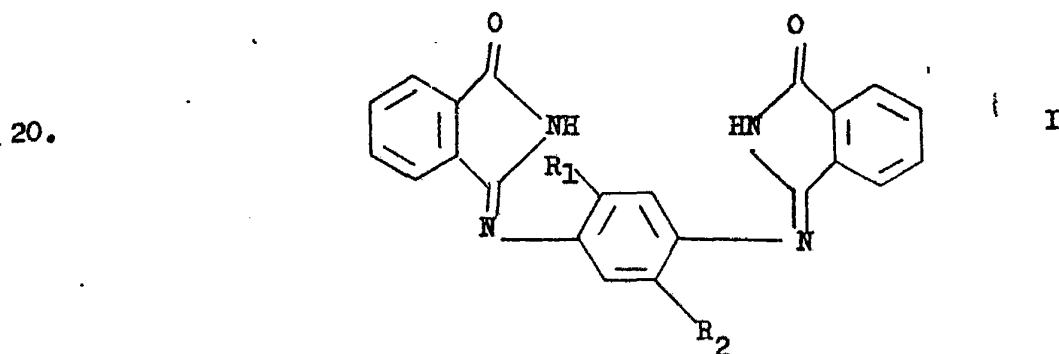
producidos de acuerdo con los procedimientos descritos en los Ejemplos 1 o 2.





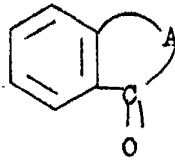
N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente, presentada en Suiza, bajo el número 6814/72 de 8 de mayo de 1972, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre:
10. PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COMPUESTOS DE IMINO-ISOINDOLINONA; caracterizándose por lo siguiente:
15. 1ª.- Procedimiento para la producción de compuestos de imino-iscindolinona, de fórmula I,



25. en la que  $R_1$  y  $R_2$ , que pueden ser iguales o diferentes, significan, cada una, un átomo de flúor, un átomo de cloro, un átomo de bromo, un radical metilo, un radical metoxi o un radical etoxi, caracterizado porque se condensa un
30. compuesto de fórmula II,

414468



II

5.

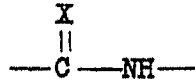
en la que A significa una estructura (a)



(a)

10.

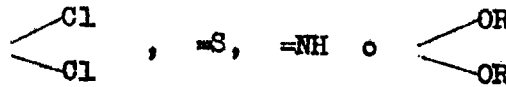
o una estructura (b),



(b)

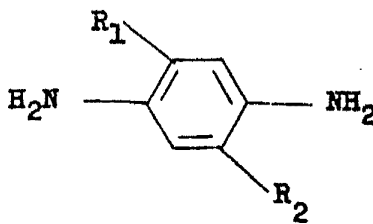
en la que X significa :

15.



en donde R significa un radical alquilo, con un compuesto de fórmula III

20.



III

25.

en la que R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> son tales como definidas más arriba, o con una sal neutra del compuesto de la fórmula III.

2\*.- Procedimiento para la producción de compuestos de imino-isoindolinona, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

30.



- 12 - 414468

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

Madrid,

15 SET. 1975

SANDOZ, A.G.

2. CARLOS ARCEDE Y MORA  
12 p. Firmador: L. G. Fernández