



Inventor: Ciba

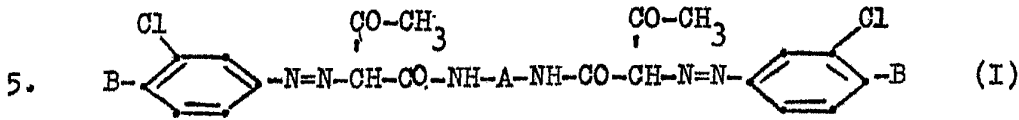
PATENTE **427506**  
DE  
INVENCION

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

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

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



donde

A significa un radical aromático, carbocíclico o heterocíclico, y

B significa un grupo de alcoxi- o alquil-mercapto con 1 a 6 átomos de carbono, un grupo

10.

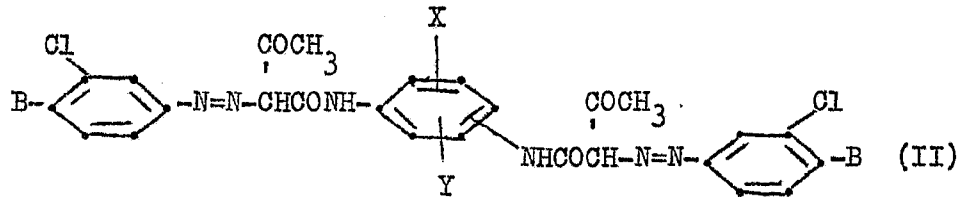
**POOR  
QUALITY**



de ariloxi- o aril-mercapto o, de preferencia, un átomo de cloro.

Tienen particular interés los pigmentos disazoicos de la fórmula

5.



donde

10.

X e Y significan átomos de hidrógeno o de halógeno, grupos de alquilo o alcoxilo con 1 a 6 átomos de carbono o grupos de ariloxilo, trifluorometilo, nitro, ciano o éster carboxílico

o bien donde

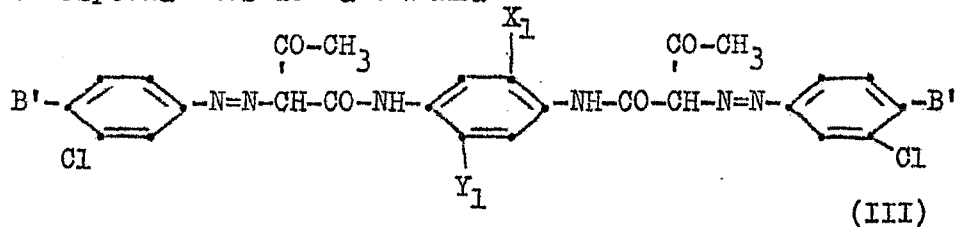
15.

X e Y, juntos, significan un anillo bencénico yuxtapuesto y

B tiene el mismo significado que se le ha atribuido antes;

y en especial los de la fórmula

20.



donde

25.

X<sub>1</sub> e Y<sub>1</sub> significan átomos de hidrógeno o de cloro o grupos de alquilo o alcoxilo con 1 a 4 átomos de carbono y

B' significa un átomo de cloro o un grupo de metoxilo.



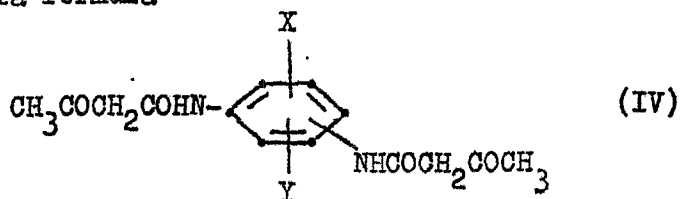
Se prefieren especialmente los pigmentos de la fórmula III en que

- X<sub>1</sub> significa un átomo de cloro e
- Y<sub>1</sub> significa un átomo de cloro o un grupo de metoxilo o metilo.

5.

Los componentes de copulación corresponden preferentemente a la fórmula

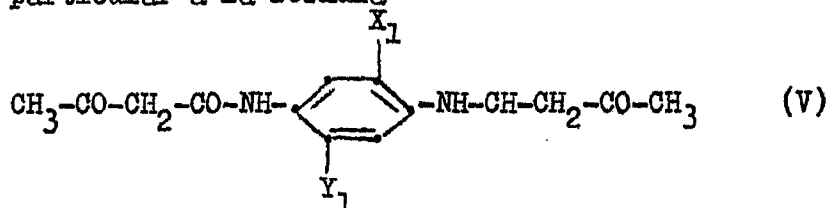
10.



donde

X<sub>1</sub> e Y<sub>1</sub> tienen el mismo significado que antes, y en particular a la fórmula

15.



donde

X<sub>1</sub> e Y<sub>1</sub> tienen el mismo significado que antes.

20.

Tienen especial interés los compuestos de la fórmula V en que X<sub>1</sub> significa un átomo de cloro e Y<sub>1</sub> significa un átomo de cloro o un grupo de metilo o metoxilo.

Los componentes de copulación se obtienen de manera sencilla por acción de diceteno o éster acetoacético sobre las diaminas respectivas, como, por ejemplo:

25.

- 1,4-fenilendiamina
- 2-cloro-1,4-fenilendiamina
- 2-metil-1,4-fenilendiamina
- 2-metoxi-1,4-fenilendiamina



- 2-etoxi-1,4-fenilendiamina
- 2-propoxi-1,4-fenilendiamina
- 2-isopropoxi-1,4-fenilendiamina
- 2-butoxi-1,4-fenilendiamina
- 5. 2-nitro-1,4-fenilendiamina
- 2-ciano-1,4-fenilendiamina
- 2-metoxicarbonil-1,4-fenilendiamina
- 2-etoxicarbonil-1,4-fenilendiamina
- 2-trifluorometil-1,4-fenilendiamina
- 10. 2-aminocarbonil-1,4-fenilendiamina
- 2,5-dicloro-1,4-fenilendiamina
- 2,5-dibromo-1,4-fenilendiamina
- 2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina
- 2,5-dimetoxi-1,4-fenilendiamina
- 15. 2,5-dietoxi-1,4-fenilendiamina
- 2-metoxi-5-etoxi-1,4-fenilendiamina
- 2-metoxi-5-propoxi-1,4-fenilendiamina
- 2,5-dipropoxi-1,4-fenilendiamina
- 2,5-bis-trifluorometil-1,4-fenilendiamina
- 20. 2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina
- 2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina
- 2-cloro-5-etoxi-1,4-fenilendiamina
- 2-metil-5-metoxi-1,4-fenilendiamina
- 2-metil-5-etoxi-1,4-fenilendiamina
- 25. 2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina
- 2,3,6-tricloro-1,4-fenilendiamina
- 2,3,5,6-tetracloro-1,4-fenilendiamina
- 2,3,5,6-tetrametil-1,4-fenilendiamina
- 1,3-fenilendiamina



- 4-cloro-1,3-fenilendiamina
- 4-metil-1,3-fenilendiamina
- 4-metoxi-1,3-fenilendiamina
- 2,5-dicloro-1,3-fenilendiamina
- 5. 4,6-dicloro-1,3-fenilendiamina
- 4,6-dimetil-1,3-fenilendiamina y
- 1,5-naftilendiamina.

- La copulación se lleva a cabo preferentemente en medio débilmente ácido, de conveniencia en presencia de agentes usuales favorecedores de la copulación. Como tales merecen citarse en particular los dispersantes, como los sulfonatos de aralquilo (por ejemplo, el sulfonato de dodecibenceno o el ácido 1,1'-dinaftilmetan-2,2'-disulfónico) o los productos de policondensación de óxidos de alquileo. La dispersión de los componentes de copulación puede contener también con ventaja coloides protectores (por ejemplo, metilcelulosa) o cantidades pequeñas de disolventes orgánicos inertes, difícilmente solubles en agua o insolubles en ella; por ejemplo, hidrocarburos aromáticos, eventualmente halogenados o nitrados, como el benceno, el tolueno, el xileno, el clorobenceno, el diclorobenceno o el nitrobenceno, lo mismo que halohidrocarburos alifáticos, como el tetracloruro de carbono o el tricloroetileno, además de disolventes orgánicos miscibles con el agua, como la acetona, la metiletilcetona, el metanol, el etanol o el isopropanol.
- 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.

La copulación puede realizarse también ventajosamente reuniendo continuamente en una tobera mezcladora una solución ácida de la sal de diazonio con una solución alcalina de los componentes de copulación, con lo que se produce



una copulación inmediata de los componentes. Hay que procurar que el componente diazoico y el componente de copulación se hallen en cantidades equimoleculares en la tobera mezcladora, aunque resulta ventajoso emplear un pequeño exceso del

5. componente diazoico. Esto se consigue de la manera más sencilla por el control del pH del líquido en la tobera mezcladora. También hay que cuidar de que se produzca en la tobera una intensa turbulencia de ambas soluciones. La dispersión de colorante originada se retira continuación de la tobera mezcladora y el colorante se separa por filtración.

10.

Gracias a su insolubilidad, los pigmentos obtenidos pueden aislarse de las mezclas reaccionales por filtración. Resulta ventajoso tratar posteriormente con un disolvente orgánico (de preferencia, que hierva por encima de 100° C) los

15. pigmentos obtenidos. Como disolventes particularmente aptos para este fin se han revocado los bencenos substituidos por átomos de halógeno o grupos de alquilo o nitro, como los xilenos, el clorobenceno, el o-diclorobenceno o el nitrobenceno, lo mismo que las bases piridínicas, como la piridina, la picolina o la quinolina; y también las cetonas, como la ciclohexanona, los éteres, como el éter monometílico o monoetilico de etilenglicol, y las amidas, como la dimetilformamida o la N-metil-pirrolidona.

20.

El tratamiento final se efectúa preferentemente por

25. calentamiento del pigmento en el disolvente, a temperatura de 100 a 150° C, con lo que en muchos casos se produce un engrosamiento del grano que repercute favorablemente en la solidez a la luz y a la migración de los pigmentos obtenidos.

La copulación puede efectuarse también calentando



un compuesto diazoamínico de la amina empleada como componente diazoico con la diacetoacetilarilendiamina, en un disolvente orgánico, eventualmente en un disolvente orgánico-acuoso y preferentemente en presencia de un ácido.

5. Los compuestos diazoamínicos que se han de emplear según este procedimiento se obtienen por métodos conocidos, mediante copulación de una sal de diazonio de la amina que sirve de componente diazoico con una amina primaria o, de preferencia, secundaria. Para este fin son aptas las más diversas aminas; por ejemplo, aminas alifáticas, como la metilamina, la etilamina, la etanolamina, la propilamina, la butilamina, la hexilamina y en especial la dimetilamina, la dietilamina, la dietanolamina, la metiletanolamina, la dipropilamina o la dibutilamina, el ácido aminoacético, el ácido metilaminoacético, el ácido butilaminoacético, el ácido aminoetansulfónico, el ácido metilaminooctansulfónico, el ácido guaniletansulfónico, el ácido beta-aminoetilsulfúrico; 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, también la cianamida sódica o la dicianidamida.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

Normalmente, los compuestos diazoamínicos obtenidos son difícilmente solubles en agua fría y pueden separarse del medio reaccional en forma cristalizada, eventualmente después

de salificación. En muchos casos las tortas de prensa húmedas pueden utilizarse para la reacción ulterior. En algunos casos puede ser conveniente deshidratar las diazoamidas, antes de la reacción, mediante secado en vacío, o después de suspender en un disolvente la torta de prensa húmeda, expulsar el agua por destilación azeotrópica.

- 5.
- La copulación del compuesto diazoamínico con el nafeno se efectúa en un disolvente orgánico; por ejemplo, en clorobenceno, o-diclorobenceno, nitrobenzeno, piridina, etilenglicol, éter monometílico o monoetilico de etilenglicol, dimetilformamida, N-metilpirrolidona, ácido fórmico o ácido acético. Cuando se emplean disolventes que son miscibles con el agua no hay necesidad de emplear el compuesto diazoamínico en forma anhidra. Pueden emplearse, por ejemplo, las tortas húmedas de agua que salen del filtro de succión. La disociación del compuesto diazoamínico que precede a la copulación se realiza en medio ácido. Cuando se emplean disolventes neutros es por lo tanto necesaria la adición de un ácido; por ejemplo, ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido fórmico, ácido acético, ácido cloroacético o ácido propiónico.
- 10.
- 15.
- 20.

La copulación se realiza convenientemente en caliente, de preferencia a temperaturas entre 80 y 180° C, y por lo general transcurre de manera muy rápida y completa.

- 25.
- Por último, la copulación puede llevarse también a cabo suspendiendo en un disolvente orgánico la amina que se ha de diazoar y el componente de copulación, en relación molar de 2:1, y tratando la suspensión con un agente diazoante, en particular con un éster del ácido nítrico, como el nitrito de metilo, de etilo, de butilo, de amilo o de octilo.



Los nuevos colorantes constituyen pigmentos valiosos que en forma finamente dividida pueden emplearse para la pigmentación de material orgánico macromolecular; por ejemplo, ésteres y ésteres de celulosa, superpoliamidas y superpoliuretanos o poliésteres, acetilcelulosa, nitrocelulosa, resinas naturales o artificiales, como resinas de polimerización o resinas de condensación (por ejemplo, aminoplastos), en particular resinas de urea-formaldehído y melamina-formaldehído, resinas alquídicas, fenoplastos, policarbonatos, poliolefinas

5. (como poliestireno, cloruro de polivinilo, polietileno, polipropileno, poliacrilonitrilo o ésteres poliacrílicos), goma, caseína, silicona y resinas de silicona, por separado o en mezclas.
- 10.

15. Para ello es indiferente que dichos compuestos macromoleculares se hallen en forma de masas plásticas, de fusiones, de soluciones para hilar, de barnices o lacas, de materiales de pintura o de tintas para estampar o imprimir. Según la finalidad de empleo, resulta ventajoso utilizar los nuevos pigmentos como matizadores o en forma de preparados.

20. Los preparados, por ejemplo, pueden contener, además del pigmento puro, también 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 rosinamina),
25. copolimerizados de cloruro de vinilo/acetato de vinilo, poliacrilonitrilo o resinas politerpénicas, o aún colorantes solubles en agua (por ejemplo, ácidos sulfónicos de colorantes o sus sales alcalinotérreas).

Los colorantes conformes a este invento se distin-



- guen por el precio económico y por buena solidez a la luz, a la migración y a la intemperie. Respecto a los pigmentos disazoicos conocidos que se obtienen por copulación de dicloroanilinas isómeras con bis-aceto-acetil-arilendiaminas, se distinguen por la excelente resistencia a la intemperie.
- 5.

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

10.

Ejemplo 1

Se agitan 4,9 partes de 3,4-dicloro-anilina en 40 volúmenes de ácido acético glacial con 8 volúmenes de ácido clorhídrico concentrado lo que hace que se forme el clorhidrato de la base. Luego se enfría hasta 5° por adición de 50 partes de hielo y se diazoa por adición de 8 volúmenes de nitrito sódico 4 N. Se agita a temperatura de 0 a 5° la solución diazoica amarilla hasta que sólo son perceptibles vestigios del ácido nitroso y luego se la clarifica por adición de un poco de carbón decolorante. El filtrado se ajusta a pH 4 por adición de 15 partes de acetato sódico cristalizado, anhidro.

15.

20.

Al mismo tiempo se disuelven en 40 partes de agua 5 partes de 2-metil-5-cloro-1,4-bis-acetoacetilaminobenceno, al 98 % con 7,5 volúmenes de lejía de sosa cáustica al 30 % y se añaden 5 partes de sulfomicinooleato de n-butilo. Se clarifica esta solución con 0,5 partes de carbón decolorante y luego se la instila, con buena agitación y durante ½ hora, en la solución diazoica. La temperatura de la mezcla reaccional sube así hasta 15-20°. Terminada la instilación, no se percibe ya en la mezcla nada del compuesto diazoico. Se agita por una ho-

25.





agua por destilación acoetrópica y luego se procede a la elaboración final tal como se ha descrito antes.

- En la tabla que sigue se describen otros colorantes que se obtienen coñulando la 3,4-dicloro-anilina diazoada con las bis-acetoacetoarilidas de las diaminas reseñadas en la columna I. La columna II indica el matiz de una hoja de cloruro de polivinilo teñida con 0,2 % de estos pigmentos.

Ejemplo n <sup>o</sup>	I	II	
10.	2	1,4-fenilendiamina	amarillo claro
	3	2-cloro-1,4-fenilendiamina	amarillo
	4	2-bromo-1,4-fenilendiamina	amarillo
	5	2-trifluorometil-1,4-fenilondiamina	amarillo verdoso
15.	6	2-ciano-1,4-fenilendiamina	amarillo verdoso
	7	2-nitro-1,4-fenilendiamina	amarillo verdoso
	8	2-metil-1,4-fenilendiamina	amarillo
	9	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo
	10	2-etoxi-1,4-fenilendiamina	anaranjado
20.	11	2,5-dicloro-1,4-fenilendiamina	amarillo
	12	2,3-dicloro-1,4-fenilendiamina	amarillo
	13	2,6-dicloro-1,4-fenilendiamina	amarillo
	14	2,5-dibromo-1,4-fenilendiamina	amarillo
	15	2,5-bis-trifluorometil-1,4-fenilendiamina	amarillo
25.	16	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo
	17	2-cloro-5-etoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo
	18	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	amarillo
	19	2-metoxi-5-metil-1,4-fenilendiamina	amarillo



Ejemplo Nº	I	II
20	2,5-dimetoxi-1,4-fenilendiamina	anaranjado
21	2,5-dietoxi-1,4-fenilendiamina	anaranjado
5. 22	2,5-dipropiloxi-1,4-fenilendiamina	anaranjado
23	2-metoxi-5-etoxi-1,4-fenilendiamina	anaranjado
24	2-metoxi-5-propoxi-1,4-fenilendiamina	anaranjado
25	2,3,6-tricloro-1,4-fenilendiamina	amarillo
26	2,3,5,6-tetracloro-1,4-fenilendiamina	amarillo
10. 27	2,3,5,6-tetrametil-1,4-fenilendiamina	amarillo
28	1,3-fenilendiamina	amarillo
29	4-cloro-1,3-fenilendiamina	amarillo
30	4-metil-1,3-fenilendiamina	amarillo
31	4-metoxi-1,3-fenilendiamina	amarillo
15. 32	4,6-dicloro-1,3-fenilendiamina	amarillo
33	4,6-dimetil-1,3-fenilendiamina	amarillo
34	2,5-dicloro-1,3-fenilendiamina	amarillo
35	bencidina	amarillo
20. 36	3,3'-dimetilbencidina	amarillo
37	3,3'-diclorobencidina	amarillo
38	3,3'-dimetoxibencidina	amarillo anaranjado

3

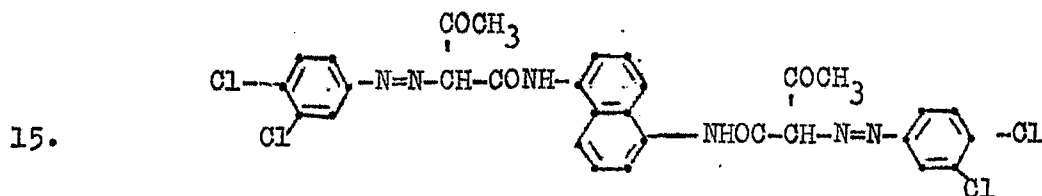
Ejemplo 39

25. Se diazoan como en el Ejemplo 1 4,9 partes de 3,4-dicloro-anilina. Luego se disuelven 4,9 partes de 1,5-bis-acetoacetilamino-naftalina en 40 volúmenes de agua caliente a 50° y 7,5 volúmenes de solución acuosa de hidróxido sódico al 30 %. Después de añadir 2 partes de kieselgur, se clarifica



la suspensión obtenida y se lava el residuo con 60 volúmenes de agua. La solución límpida y de color amarillo claro que así se obtiene se trata a gotas, a 5° y en el curso de 20 minutos, con la solución diazoica. Se origina entonces un precipitado amarillo.

5. Se ajusta a pH 5 la suspensión obtenida, por adición de 30 volúmenes de solución acuosa de hidróxido sódico al 30% , se la agita durante una hora a temperatura creciente hasta 20°, se la calienta a 75° en el curso de otra hora y se la filtra en frío por succión. El residuo se exime de las sales por lavado y se seca en vacío a 60°. Se obtienen 9,8 partes (correspondientes al 98 % de la teoría) de un colorante pigmentario amarillo, de la fórmula
- 10.



Por tratamiento ulterior en o-diclorobenceno (una hora a 160°), se obtiene con este pigmento, introduciéndolo por laminación en cloruro de polivinilo, tinturas amarillas sólidas.

20. La 1,5-bis-acetoacetilamino-naftalina puede sintetizarse así:

Se agitan en 260 volúmenes de ácido acético glacial 31,6 partes de 1,5-naftilendiamina y luego, con agitación enérgica, se hacen afluir a 40° 34 partes de diceteno. La temperatura sube entonces hasta 96° y el producto de la reacción se precipita en forma de sedimento espeso de la solución que se origina al principio. Se agita la suspensión por una hora a 96°, se la deja enfriar hasta la temperatura del ambiente y se la filtra. El material del filtro de succión se lava con

25.



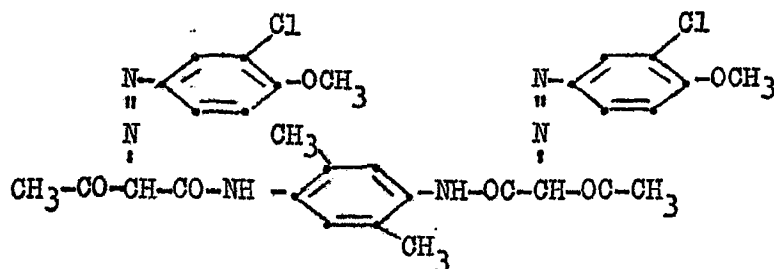
ácido acético al 40 % y luego con agua. Después de secar, se obtienen 57,5 partes (88% de la teoría) de un polvo de color beige y punto de fusión 228 a 230°.

Análisis (C<sub>18</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>OH):

5. calculado: C 66,2 % H 5,6 % N 8,6 %  
hallado: C 65,4 % H 5,5 % N 8,4 %.

Ejemplo 40

- Se agitan durante 15 minutos 6,3 partes de 3-cloro-4-metoxi-anilina en 50 partes de agua con 10 volúmenes de ácido clorhídrico concentrado. Se enfría hasta 5° el clorhidrato que se ha formado y en 20 minutos se le trata a gotas con 10 volúmenes de solución 4 N de nitrito sódico. La solución diazoica resultante se agita a 5° durante 30 minutos, se trata con 0,3 partes de carbón activo y se clarifica por filtración. Luego se disuelven 6,1 partes de 2,5-dimetil-1,4-bis-acetoacetilaminobenceno en 60 volúmenes de agua caliente a 50° y 15 volúmenes de solución 2 N de hidróxido sódico. Se enfría hasta 5° la solución límpida y a esta temperatura se la trata a gotas, en 30 minutos, con la solución diazoica. Se produce así un precipitado amarillo. Se ajusta a pH 5,5 la suspensión obtenida, con 5 partes de trihidrato de acetato sódico de pH 1,5, se la agita durante 16 horas a la temperatura del ambiente, se la calienta a 75° en el curso de una hora y se la filtra en caliente por succión. El residuo se lava para descargarlo de las sales y se seca en vacío, a 60°. Se obtienen 12,8 partes (correspondientes al 100 % de la teoría) de un pigmento amarillo de la fórmula



5.

Por tratamiento consecutivo en sulfóxido de dimetilo (2 horas a 180° C), se obtiene un pigmento que, incorporado por laminación a cloruro de polivinilo, da tinturas amarillas sólidas.

10.

En la tabla que sigue se describen otros pigmentos que se obtienen copulando la base diazoada de la columna I con las bis-acetoacetarilidas de las diaminas reseñadas en la columna II. La columna III indica el matiz de la hoja de cloruro de polivinilo teñida con 0,2 % de estos pigmentos.

15.

Ejemplo nº	I	II	III
41	3-cloro-4-metoxianilina	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	amarillo
42	3-cloro-4-metoxianilina	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo
43	3-cloro-4-metoxianilina	1,4-fenilendiamina	amarillo
44	3-cloro-4-metoxianilina	2,5-dicloro-1,4-fenilendiamina	amarillo verdoso
45	3-cloro-4-metoxianilina	2-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo
46	3-cloro-4-metilmercaptoanilina	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	amarillo anaranjado
47	3-cloro-4-metilmercaptoanilina	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo anaranjado
48	3-cloro-4-metilmercaptoanilina	1,4-fenilendiamina	amarillo

25.



Ejemplo n°	I	II	III
5. 49	3-cloro-4-(4'-cloro-fenilmercapto)-anilina	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	amarillo
50	3-cloro-4-fenoxianilina	2,5-dimetil-1,4-fenilendiamina	amarillo
51	3-cloro-4-fenoxianilina	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	amarillo
10. 52	3-cloro-4-fenoxianilina	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo
53	3-cloro-4-fenoxianilina	1,4-fenilendiamina	amarillo
54	3-cloro-4-(4'-clorofenoxi)-anilina	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	amarillo
15. 55	3-cloro-4-(4'-clorofenoxi)-anilina	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo
56	3-cloro-4-(4'-clorofenoxi)-anilina	1,4-fenilendiamina	amarillo
57	3-cloro-4-(2'-clorofenoxi)-anilina	2-cloro-5-metil-1,4-fenilendiamina	amarillo
20. 58	3-cloro-4-(2'-clorofenoxi)-anilina	2-cloro-5-metoxi-1,4-fenilendiamina	amarillo
59	3-cloro-4-(2'-clorofenoxi)-anilina	1,4-fenilendiamina	amarillo

Ejemplo 60

25.

Se mezclan 0,6 g del pigmento preparado según el Ejemplo 1 con 67 g de cloruro de polivinilo, 33 g de ftalato de dioctilo, 2 g de dilaurato de dibutil-estaño y 2 g de dióxido de titanio y se elabora con la mezcla, en una calan-

21 JUN 1974



dria, a 160<sup>o</sup> C y durante 15 minutos, una hoja delgada. La tintura amarilla así obtenida es de colorido vivo y sólida a la migración y a la luz.

Ejemplo 61

5. En una trituradora Engelsmann se tritura finamente 1,00 g del pigmento preparado según el Ejemplo 1 con 4,00 g de barniz para impresiones, de la composición:

29,4 % de aceite de linaza/aceite de linaza cocido  
(300 poises)

10. 67,2 % de aceite de linaza/aceite de linaza cocido  
(20 poises)

2,1 % de octoato de cobalto (de 8 % de Co) y

1,3 % de octoato de plomo (de 24 % de Pb).

15. Con este barniz y valiéndose de un clisé se imprime por el procedimiento de imprenta sobre papel couché, en proporción de 1 g/m<sup>2</sup>. Se obtiene un tono amarillo anaranjado puro y vivo de buena transparencia y buen brillo. Por impresión de tricromía o tetracromía se logran por sobreposición al azul tonos verdes muy brillantes.

20. Este pigmento sirve también para otros procedimientos de impresión, como bajorrelieve, offset y flexo, y da en ellos igualmente muy buenos resultados.

Ejemplo 62

25. Se prepara una laca con 15 g de un algodón pólvora que contione 35 % de butanol, 15 g de una resina de ftalato modificada con aceite de ricino, 15 g de una solución butanólica al 70 % de una resina de urea para lacas, 20 g de acetato de butilo, 10 g de éter monoetilico de glicol, 20 g de tolueno y 5 g de alcohol. A continuación se pigmenta esta laca con 2 g del colorante según el Ejemplo 1 y 2 g de dióxido de



titanio (variedad rutilo y se muele. Después de rociar esta laca sobre cartón y secar, se obtiene un recubrimiento amarillo de muy buena resistencia a la luz, al sobrelaqueado y a la intemperie.

5.

Ejemplo 63

A 100 g de una laca al fuego constituida por 58,5 g de una solución al 60 % de una resina alquídica de coco en xileno, 23 g de una solución al 65 % de una resina de melamina para lacas en butanol, 17 g de xileno y 1,5 g de butanol, se añaden 1 g del colorante según el Ejemplo 1 y 5 g de dióxido de titanio. Se muele la mezcla durante 48 horas en un molino de bolas y la laca así pigmentada se rocía sobre una superficie metálica limpia. Después de la cocción a 120°, se obtiene una tintura amarillorrojiza de buena solidez a la luz, al sobrelaqueado y a la intemperio.

10.

15.

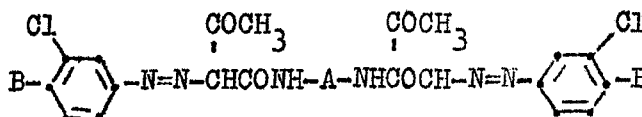
= . =

REIVINDICACIONES

20. Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 9183/73 del 22 de Junio de 1973.

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

25.



donde

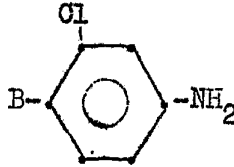
A significa un radical aromático carboxílico

y



B significa un grupo de alcoxi- o alquil-mercapto con 1 a 6 átomos de carbono, un grupo de ariloxi- o aril-mercapto o, de preferencia, un átomo de cloro,

5. aptos para la pigmentación de material orgánico de peso molecular alto, caracterizado por copularse los compuestos diazoicos de una amina de la fórmula



10.

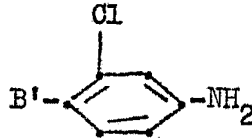
con un compuesto de la fórmula  
 $CH_3COCH_2CONH-A-NHCOCH_2COCH_3$

donde

15. A tiene el mismo significado que antes, en la proporción molar de 2:1.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac-  
terizado por emplearse, en calidad de componente diazoico, una amina de la fórmula

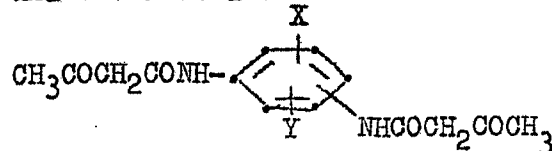
20.



donde

B' significa un átomo de cloro o un grupo de metoxilo.

25. terizado por emplearse, en calidad de componente de copulación, una bis-acetoacetil-arilendiamina de la fórmula





donde

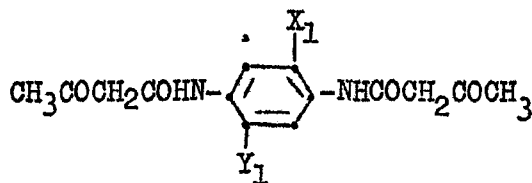
X e Y significan átomos de hidrógeno o de halógeno, grupos de alquilo o alcoxilo con 1 a 6 átomos de carbono o grupos de ariloxilo, trifluorometilo, nitro, ciano o éster carboxílico

5.

o bien donde

X e Y, juntos, significan un anillo bencénico yuxtapuesto.

10. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse así mismo, en calidad de componente de copulación, una bis-acetoacetilendiamina de la fórmula



15.

donde

X1 e Y1 significan átomos de hidrógeno o de cloro o grupos de alquilo o alcoxilo con 1 a 4 átomos de carbono.

20.

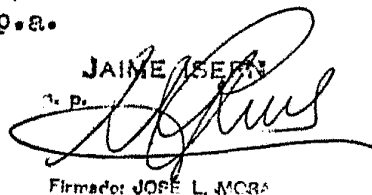
5.- Procedimiento para la preparación de pigmentos disazoicos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 21 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 21 de Junio de 1974

P.a.

mpc.

JAIME ISEÑA  
 P. a.  
  
 Firmado: JOSÉ L. MORAS