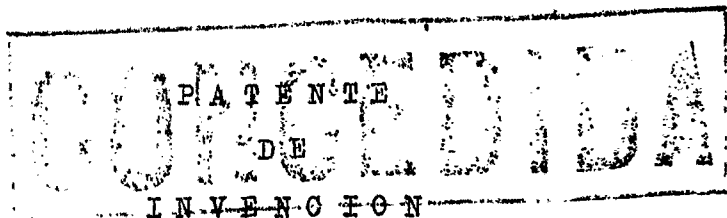


NO. DE REG. CO7D; CO9B//CO8K

17 FEB. 1977.



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

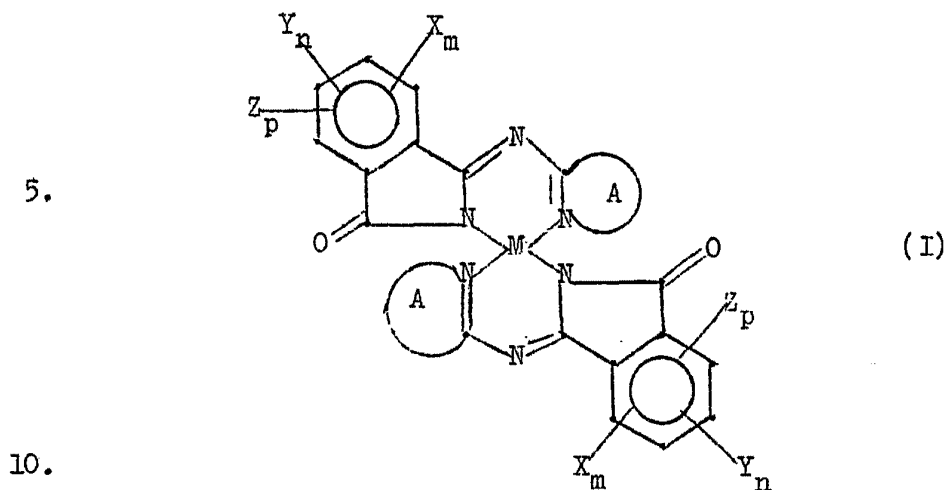
= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

En la memoria de patente japonesa nº 73.29096 se describen complejos metálicos que se obtienen por metalización de 3,3,4,5,6,7-hexametiloisoindolin-1-ona condensada con 2-aminopiridina. Los complejos obtenidos con, sin embargo débiles de color y por lo tanto no interesantes como pigmentos.

El invento que aqui se expone se refiere a nuevos y valiosos complejos metálicos de iminoisoindolinona de la fórmula

POOR QUALITY



en la que

15. A significa un radical heterocíclico pentagonal o hexagonal que presenta a lo menos otro heteroátomo más y que puede estar anillado o doblado con núcleos bencénicos,
- M significa un átomo de metal divalente, exceptuando los metales alcalinotérreos,
20. X significa un átomo de H,
- Y significa un átomo de halógeno,
- Z significa un grupo nitro, un grupo alcoxicarbónico con 2 a 6 átomos de carbono o un grupo de la fórmula RY_2^- (donde R representa un átomo de H, un grupo alquílico de 1 a 6 átomos de carbono (eventualmente substituído por un radical arílico), un grupo cicloalquílico de 5 ó 6 átomos de carbono o un grupo arílico, mientras que Y_2 representa un átomo de O o de
- 25.

S),

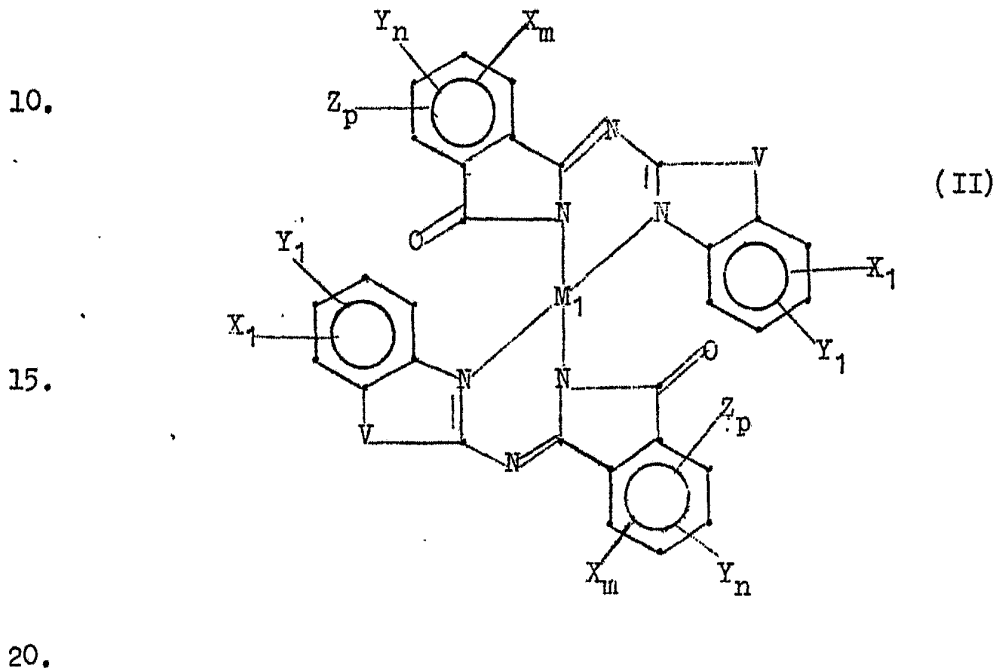
m y n significan 0 a 4,

p significa 0 a 2

y la suma de

5. m + n + p debe ser 4.

Tienen interés especial los complejos metálicos de la fórmula



en la que

X, Y, Z, m, n y p tienen el mismo significado que

25. se les ha atribuido antes,

M_1 significa cobalto, cobre o níquel,

V significa un átomo de O o de S o

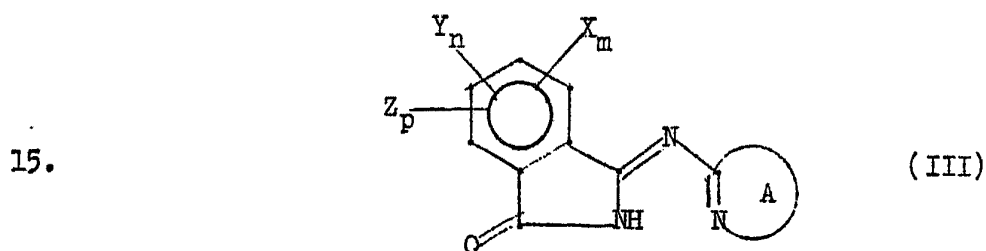
bien, en particular, un grupo

imínico,

5. X_1 e Y_1 significan átomos de H o de halógeno, grupos de alquilo, alcoxilo, alcocarbonilo, alquilsulfonilo o alquilcarbamoilo con 1 a 6 átomos de carbono o grupos de nitro, carbamoilo o arilcarbamoilo
o bien los radicales

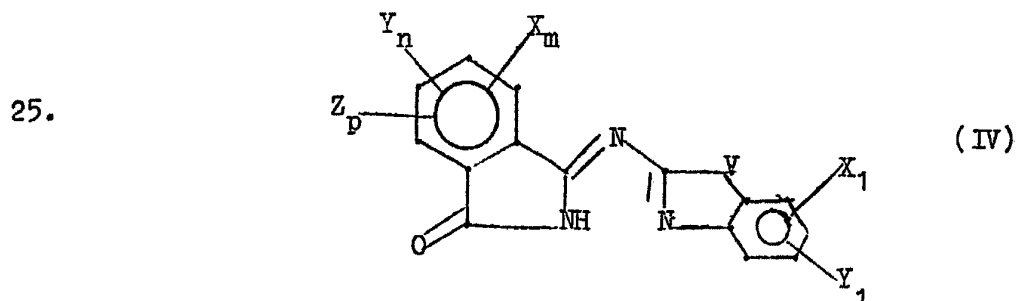
X_1 e Y_1 forman un anillo bencénico yuxtapuesto; y en particular los de la fórmula II en los que V significa un grupo imínico.

10. Se llega a los nuevos complejos metálicos si se tratan iminoisoindolinonas de la fórmula



20. con agentes que cedan metales no alcalinotérreos polivalentes.

Como materias de partida interesan especialmente las iminoisoindolinonas de la fórmula



en la que

X, Y, Z, m, n y p tienen el mismo significado que antes y

X_1 e Y_1

significan átomos de H o de halógeno, grupos de alquilo, alcoxilo, alcocarbonilo, alquilsulfonilo o alquilcarbamoilo con 1 a 6 átomos de carbono o grupos de nitro, carbamoilo o arilcarbamoilo

5.

10.

o bien los radicales

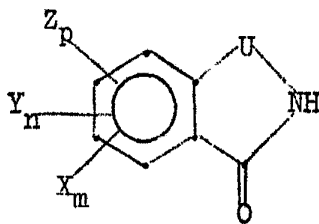
X_1 e Y_1

forman un anillo bencénico yuxtapuesto.

15.

Las iminoisocindolinas de las fórmulas III y IV constituyen en parte compuestos conocidos. Se las obtiene por procedimientos conocidos, mediante condensación de una isocindolinona de la fórmula

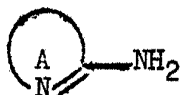
20.



(V)

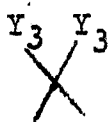
con una amina de la fórmula

25.



(VI)

En las fórmulas (V) y (VI), A, X, Y, Z, m, n y p tienen el mismo significado que se les ha asignado antes, mientras que U significa un grupo de la fórmula



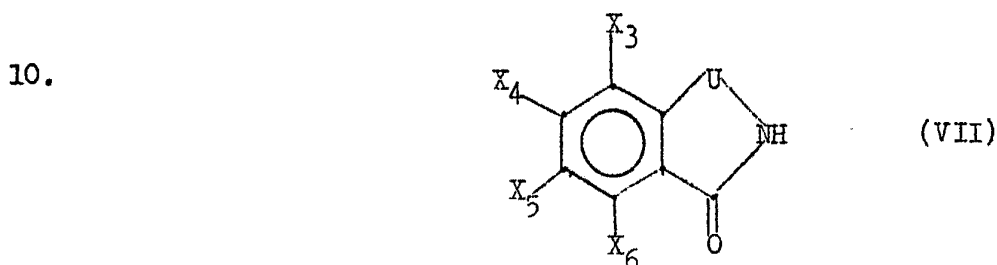
ó



donde

5. X_2 representa un grupo imínico o tio e
 Y_3 representa un átomo de halógeno, un grupo alcoxílico con 1 a 4 átomos de carbono o un grupo aminico secundario.

Se prefieren las isoindolinonas de la fórmula



en la que

15. U tiene el mismo significado que se le ha atribuido antes,
- X_3 significa un átomo de H o de halógeno, un grupo de alcoxi- o alquil-mercapto con 1 a 6 átomos de carbono, un grupo de aralcoxilo con un radical alquílico de 1 a 4 átomos de carbono o un grupo de ariloxilo,
20. X_4 significa un átomo de H o de halógeno, un grupo nitro, carboxilo o carbamoilo, un grupo de alquilcarbamoilo o alcanoilamino con 2 a 6 átomos de carbono o un grupo de arilcarbamoilo,
25. X_5 significa un átomo de H o de halógeno, un grupo de alcoxi- o alquil-mercapto con 1 a 6 átomos de carbono, un grupo de aralcoxilo con un radical alquílico de 1 a 4 átomos de carbono o

un grupo de ariloxilo

y

X_6 significa un átomo de H o de halógeno.

5. En la fórmula (VII), X_4 y X_6 representan de preferencia átomos de H o de cloro y X_3 y X_5 átomos de H o de cloro o grupos alcoxílicos con 1 a 4 átomos de carbono.

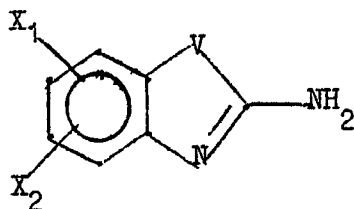
Como ejemplos cabe citar las isoindolinonas siguientes :

- 3-imino-isoindolinona
10. 4,5,6,7-tetracloro-3-imino-isoindolinona
5,6-dicloro-3-imino-isoindolinona
4,5,7-tricloro-6-metoxi-3-imino-isoindolinona
4,5,7-tricloro-6-etoxi-3-imino-isoindolinona
5,7-dicloro-4,6-dimetoxi-3-imino-isoindolinona
15. 5,7-dicloro-4,6-difenoxi-3-imino-isoindolinona
4,5,7-tricloro-6-metilmercapto-3-imino-isoindolinona
4,5,7-tricloro-6-fenilmercapto-3-imino-isoindolinona
3-imino-4,5-benzo-isoindolinona
5- o 6-metil-3-imino-isoindolinona
20. 5- o 6-fenil-3-imino-isoindolinona
4- o 7-cloro-3-imino-isoindolinona
5- o 6-cloro-3-imino-isoindolinona
4- o 7-nitro-3-imino-isoindolinona
5- o 6-nitro-3-imino-isoindolinona
25. 5- o 6-metoxi-3-imino-isoindolinona
5- o 6-etoxi-3-imino-isoindolinona
5- o 6-fenoxi-3-imino-isoindolinona
5- o 6-metilmercapto-3-imino-isoindolinona
3,3-dimetoxi-4,5,6,7-tetracloro-isoindolinona

- 3,3-dimetoxi-4,5,6,7-tetrabromo-isoindolinona
3,3,6-trimetoxi-4,5,7-tricloro-isoindolinona
3,3-dimetoxi-4,5,7-tricloro-6-butoxi-isoindolinona
3,3-dimetoxi-4,5,7-tricloro-6-fenoxi-isoindolinona
5. 3,3-dimetoxi-4,5,7-tricloro-6-(p-clorofenoxi)-isoindolinona
3,3-dimetoxi-4,5,7-tricloro-6-(o-metilfenoxi)-isoindolinona
3,3-dimetoxi-4,5,7-tricloro-6-metilmercapto-isoindolinona
10. 3,3-dimetoxi-4,5,7-tricloro-6-etilmercapto-isoindolinona
3,3,4,6-tetrametoxi-5,7-dicloro-isoindolinona
3,3-dimetoxi-5-cloro-isoindolinona
15. 3,3-dimetoxi-6-yodo-isoindolinona
3,3-dimetoxi-7-cloro-isoindolinona
3,3-dimetoxi-7-fluoro-isoindolinona
3,3-dimetoxi-4,5-dicloro-isoindolinona
3,3-dimetoxi-4,6-dicloro-isoindolinona.

20. Dichas isoindolinonas se condensan con aminas de la fórmula (VI), y particularmente con las de la fórmula

25.



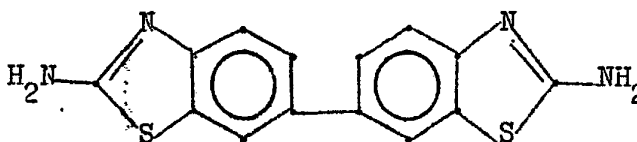
(VIII)

en la que

V, X₁ y X₂ tienen el mismo significado que antes.

Como ejemplos cabe citar :

- el 2-amino-tiazol
 - 5. el 2-amino-benzotiazol
 - el 2-amino-benzoxazol
 - el 2-amino-4- o 6-cloro-benzotiazol
 - el 2-amino-4- o 6-bromo-benzotiazol
 - el 2-amino-5- o 6-metoxi-benzotiazol
 - 10. el 2-amino-5- o 6-metil-benzotiazol
 - el 2-amino-bencimidazol
 - el 2-amino-4-cloro-bencimidazol
 - el 2-amino-5-cloro-bencimidazol
 - el 2-amino-5,6-dicloro-bencimidazol
 - 15. el 2-amino-4-cloro-6-metil-bencimidazol
 - el 2-amino-5-metoxi-bencimidazol
 - el 2-amino-6-etoxi-bencimidazol
 - el 2-amino-6-nitro-bencimidazol
 - el 2-amino-6-ciano-bencimidazol
 - 20. el 2-amino-5-metilsulfonil-bencimidazol
 - el 2-amino-N-metil-bencimidazol
 - el 2-amino-N-oxietil-bencimidazol
 - el 2-amino-N-fenil-bencimidazol
 - el 2-amino-5-metil-1,3,4-tiadiazol
 - 25. el 2-amino-5-fenil-1,3,4-tiadiazol
 - el 2-amino-piridino-1,3,4-tiadiazol
 - el 2-amino-piracino-1,3,4-tiadiazol
- así como la bis benzotiazolilamina de la fórmula



5.

En el caso de dichas aminas se trata siempre de compuestos conocidos.

10. La condensación de las isoindolinonas con las aminas de la fórmula (VIII) se produce en parte ya en frío, eventualmente con calentamiento de los componentes mezclados íntimamente y muy ventajosamente en presencia de disolventes orgánicos inertes, es decir, no participantes en la reacción.

15. Si se parte de 3-imino, 3-tio- o 3,3-bis-terciarmino-isoindolin-1-onas o de sales alcalinas de las 3,3-dialcoxiisoindolin-1-onas, es ventajoso emplear disolventes orgánicos miscibles con el agua; por ejemplo, alcoholes alifáticos inferiores, como los alcanoles inferiores (por ejemplo, metanol, isopropanol o butanol), éteres cíclicos inferiores (como dioxano, éter monometílico de etilenglicol), cetonas alifáticas inferiores (como la acetona), etc. La condensación se efectúa así ya a temperaturas relativamente bajas. Es ventajoso actuar en presencia de agentes aceptores de bases; como tales cabe señalar a título de ejemplo los ácidos grasos inferiores, que entonces sirven al mismo tiempo de disolventes, en particular el ácido acético.

20.

25.

Cuando se emplean 3,3-dihalogen-isoindolin-1-onas se prefieren los disolventes orgánicos carentes de

- grupos hidroxílicos, como los hidrocarburos; por ejemplo aromáticos (como el benceno, el tolueno, el xileno, la tetrahidronaftalina o el difenilo) o cicloalifáticos (como el ciclohexano); y también halohidrocarburos, como los
5. alifáticos (por ejemplo, tetracloruro de carbono o tetracloroetileno) o los aromáticos (como el clorobenceno o los di- y tri-clorobenceno); nitrohidrocarburos aromáticos (como el nitrobenceno); éteres y más precisamente alifáticos (como el éter dibutílico), aromáticos (como el
10. éter difenílico) o cíclicos (como el dioxano); y cetonas, como la acetona o ésteres, principalmente ésteres de ácidos grasos inferiores con alcoholes inferiores (como el éster etílico de ácido acético), en presencia de agentes aceptores de ácido.
15. Dado que los productos de condensación obtenidos son difícilmente solubles en dichos disolventes, resulta fácil aislarlos por filtración. Las eventuales impurezas pueden eliminarse por lavado.
- Para la conversión en los complejos metálicos,
20. las isoindolinonas obtenidas se tratan con agentes que cedan metales no alcalinotérreos, como el zinc o el cadmio, pero especialmente níquel, cobre y cobalto. Se emplean preferentemente los formiatos, los acetatos o los estearatos de estos metales; por ejemplo, acetato de níquel (II), acetato de cobre (II), acetato de cobalto (II)
25. o acetilacetato de cobalto (III). La metalización se lleva a cabo convenientemente en uno de los disolventes mencionados antes o una mezcla de ellos, o particularmente en dimetilformamida, éter monoalquílico de etilenglicol

o éter monoalquílico de dietilenglicol.

- También es posible efectuar la condensación y la metalización por el método del crisol único. En lugar de sales homogéneas, pueden emplearse asimismo mezclas de sales de metales diferentes; se obtienen entonces complejos metálicos mixtos.
- 5.

- Son muy interesantes técnicamente, por la favorable combinación de altas propiedades de resistencia a la migración y a la luz o respectivamente la intemperie, los derivados de imidazol.
- 10.

- Los nuevos colorantes constituyen valiosos pigmentos, que en forma finamente dividida pueden usarse para la pigmentación de material orgánico macromolecular; por ejemplo, éteres y ésteres de celulosa, como la etilcelulosa, la nitrocelulosa, el acetato de celulosa y el butirato de celulosa, resinas naturales o artificiales, como las resinas de polimerización o las de condensación (por ejemplo, aminoplastos), en particular resinas de urea-formaldehído y melamina-formaldehído, resinas alquídicas, fenoplastos, policarbonatos, poliolefinas (como el poliestireno, el cloruro de polivinilo, el polietileno, el polipropileno, el poliacrilonitrilo y ésteres de ácido poliacrílico), poliamidas, poliuretanos o poliésteres, goma, caseína, sílicona y resinas de sílicona, solos o en mezclas.
- 15.
- 20.
- 25.

Para ello carece de importancia que dichos compuestos macromoleculares se hallen en forma de masas plásticas, de fusiones o de soluciones para hilar, banices,

materiales para pinturas o tintas de imprimir. Según la finalidad de empleo, resulta ventajoso emplear los nuevos pigmentos como matizadores o en forma de preparados.

5. Para lograr pigmentos finamente divididos suele ser ventajoso someterlos a un proceso de molturación.

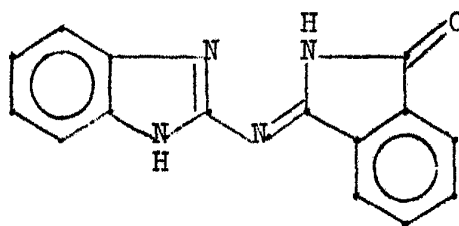
En los ejemplos que siguen, mientras no se haga constar otra cosa, las partes significan partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

10.

EJEMPLOS 1 a 4

Se mantienen durante 4 horas en agitación y reflujo 13,3 g de 2-amino-bencimidazol y 18,3 g de clorhidrato de iminoftalimida en 150 g de éter monoetílico de etilenglicol. Luego se filtra a la temperatura del ambiente el producto precipitado, se le lava con metanol y con agua y se le seca en vacío a 90-100°. Resulta un polvo cristalino amarillo, de la fórmula

15.



20.

25.

5,24 g del producto obtenido en el párrafo anterior se calientan a 145-150° en 100 partes de dimetilformamida con 1,94 g de acetato de níquel, durante 15 horas y agitando. El sedimento precipitado se filtra en caliente y se lava con o-diclorobenceno caliente, con me-

tanol frío y con agua. Se obtiene un polvo cristalino amarillo, que molturado, por ejemplo, en isopropanol con ayuda de cuerpos molturadores, se pone en división fina. Incorporado en la laminación al cloruro de polivinilo, da una hoja amarilla que tiene buena resistencia a la migración y a la luz. Un barniz pigmentado con él muestra muy buenas propiedades de resistencia a la luz, a la intemperie y al sobrelaqueado.

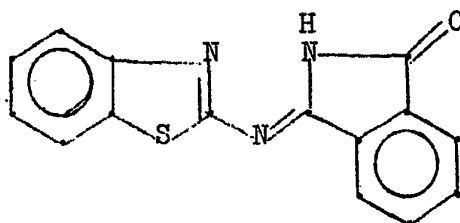
Si se reemplaza el acetato de níquel por cantidades equivalentes de las sales metálicas reseñadas en la Tabla I que sigue (Columna I), se obtienen pigmentos del matiz indicado en la columna II, con propiedades de solidez igualmente buenas.

TABLA I

Ejemplo	I	II
2	Acetato de cobalto.4H ₂ O	amarillo rojizo
3	Acetato de cobre.H ₂ O	amarillo verdoso
4	Acetato de zinc.2H ₂ O	amarillo

EJEMPLOS 5 a 7

Procediendo como en el Ejemplo 1, se condensan 15 g de 2-amino-benzotiazol con 18,3 g de clorhidrato de iminoftalimida. Se obtiene un cuerpo amarillo de la fórmula



Para la metalización se procede de manera análoga a la del Ejemplo 1. Se obtienen así pigmentos que, puestos en división fina, imparten a las hojas de cloruro de polivinilo o a la tintura del barniz los matices de la columna II de la Tabla 2.

5.

TABLA 2

Ejemplo	I	II
5	Acetato de níquel	amarillo
6	Acetato de cobalto.4H ₂ O	amarillo
7	Acetato de cobre.H ₂ O	amarillo verdoso

10.

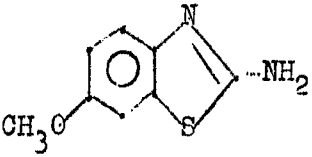
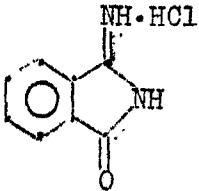
EJEMPLO 8

En la Tabla 3 que sigue se reseñan otros pigmentos de propiedades de solidez semejantes, los cuales se obtienen si se condensa el derivado azólico indicado en la columna I con las iminoftalimidas indicadas en la columna II y el producto de condensación así obtenido se metaliza con las sales metálicas indicadas en la columna III. La columna IV señala el matiz.

15.

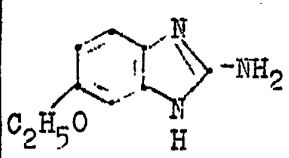
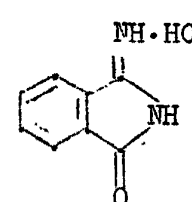
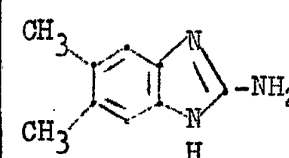
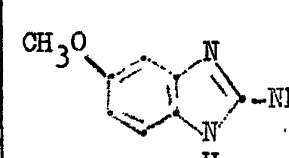
20.

TABLA 3

Ej. nº	Derivado azólico	Iminoftalimida	Sal metálica	Matiz
8			Acetato de Ni	amarillo
9	"	"	Acetato de Co	amarillo rojizo
10	"	"	Acetato de Cu	amarillo

25.

TABLA 3 (cont.)

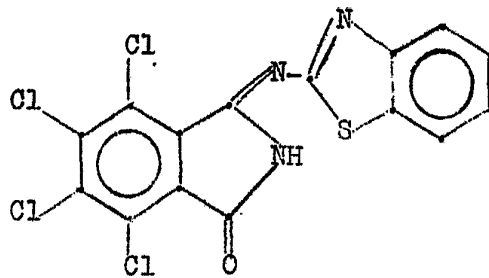
Ej. nº	Derivado azólico	Iminoftalimida	Sal metálica	Matiz
5. 11			Acetato de Co	amarillo rojizo
12	"	"	Acetato de Ni	amarillo
10. 13	"	"	Acetato de Cu	amarillo verdoso
14		"	Acetato de Co	amarillo rojizo
15	"	"	Acetato de Ni	amarillo
15. 16	"	"	Acetato de Cu	amarillo verdoso
17		"	Acetato de Co	amarillo rojizo
18	"	"	Acetato de Ni	amarillo

EJEMPLO 19

Se introducen en una solución de 100 cc de metanol y 2,7 g de metilato sódico 15,75 g de éster metílico de ácido 3,4,5,6-tetracloro-o-cianobenzoico y se agita durante $\frac{1}{2}$ hora. Luego se añaden 7,5 g de 2-amino-benzotiazol y se agita durante 15 horas, a la temperatura del ambiente. A continuación se diluye con 100 cc de o-diclorobenceno el precipitado anaranjado y se acidifica con 5 cc de ácido acético, lo que produce el colorante amarillo libre.

Agitando, se aumenta la temperatura hasta 150° mientras se destila metanol. Al cabo de 2 horas se deja enfriar hasta 60°, se separa por succión el colorante y se lava con o-diclorobenceno, con metanol y con agua. Después de secar se obtienen 19,0 g del colorante de la fórmula

5.



10.

4,17 g del colorante anterior de tetrachloro-iso

indolinona se calientan a 150° durante 6 horas en 100 cc de éter monoetílico de dietilenglicol, con adición de

15.

1,25 g de acetato de cobalto·4H₂O. Se filtra por succión a 100° el pigmento formado y se le lava con metanol, acetona y agua. Después de secar se obtienen 4,2 g de un polvo pigmentario pardoamarillo, el cual presenta un contenido de 7,02 de Co (teoría para el complejo 1:2 = 6,62% de Co).

20.

Si se pigmentan barnices con este complejo de Co, se pueden preparar laqueados pardoamarillos que tienen gran resistencia a la intemperie.

EJEMPLOS 20 a 49

25.

En la Tabla 4 que sigue se reseñan pigmentos que por el método de preparación descrito en el Ejemplo 11 se originan en las mismas condiciones de reacción. Se indican las fórmulas de los colorantes isoindolinónicos, que se preparan como productos de partida por el procedimiento descrito en el Ejemplo 11, e igualmente los átomos de

metal (M) y los contenidos de metal de los complejos, junto con el color de los barnices pigmentados.

TABLA 4

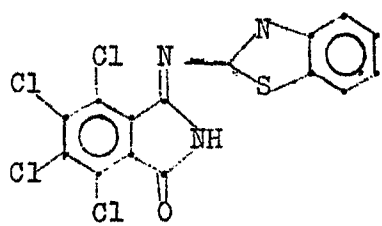
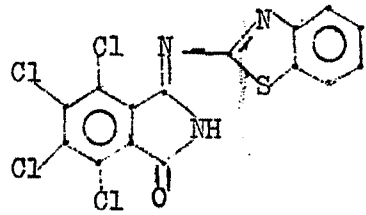
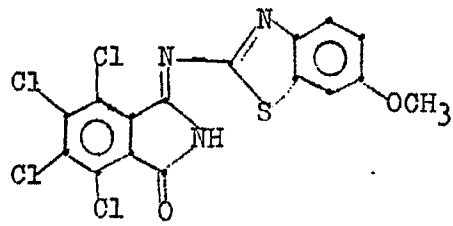
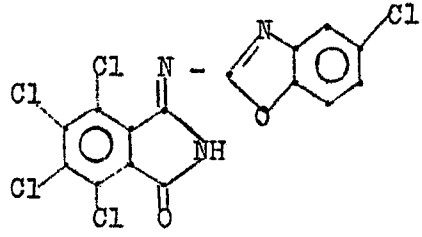
Ej. nº	Colorante isopindolinónico	Contenido de metal en %			Matiz en el barniz
		M	hall.	calc.	
5.					
20		Ni	5,3	6,83	pardoaamarillo
10.					
21	"	Cu	6,9	7,37	"
15.					
22		Co	6,9	6,88	"
23	"	Ni	6,1	6,88	amarillo mediano
24	"	Cu	6,4	7,42	pardoaamarillo
20.					
25		Co	6,6	6,2	"
26	"	Ni	4,7	6,2	"
25.					
27		Co	6,9	6,36	amarillo rojizo

TABLA 4 (cont.)

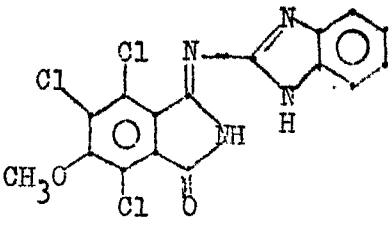
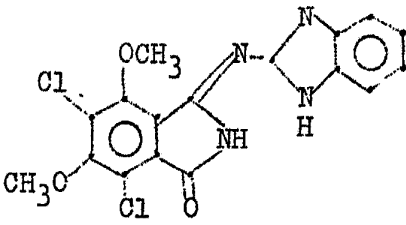
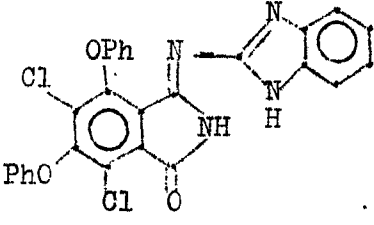
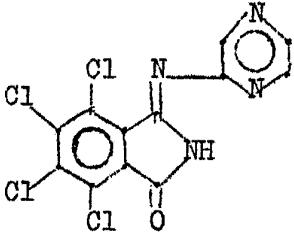
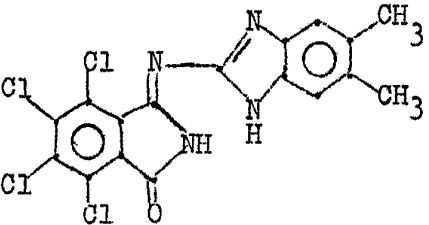
Ej. nº	Colorante isoindolinónico	Contenido de metal en %			Matiz en el barniz
		M	hall.	calc.	
5. 28		Co	6,91	6,80	pardoamarillo
10. 29		Co	6,91	7,03	amarillo rojizo
15. 30	"	Ni	6,24	7,03	amarillo mediano
20. 31		Co	5,06	5,04	amarillo rojizo
25. 32		Co	7,6	7,55	amarillo mediano
33		Co			amarillo rojizo

TABLA 4 (cont.)

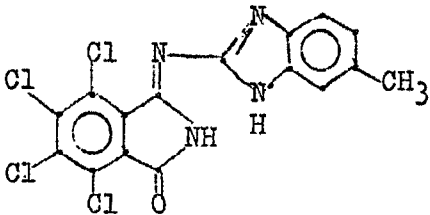
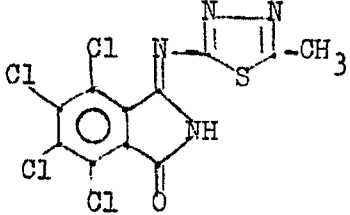
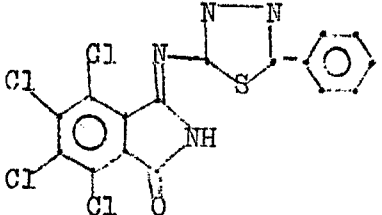
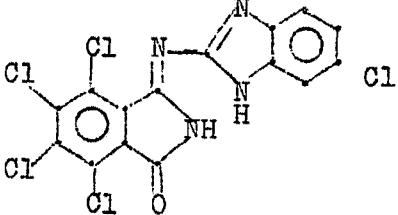
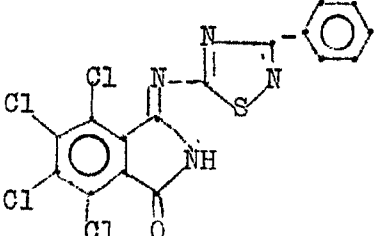
Ej. nº	Colorante isocindolinónico	Contenido de metal en %			Matiz en el barniz
		M	hall.	calc.	
5. 34		Co			amarillo rojizo
10. 35	"	Ni	6,36	6,63	amarillo
15. 36		Co	6,6	7,18	amarillo rojizo
20. 37		Co	6,2	6,24	"
25. 38		Co			pardoamarillo
39		Co	6,26	6,24	

TABLA 4 (cont.)

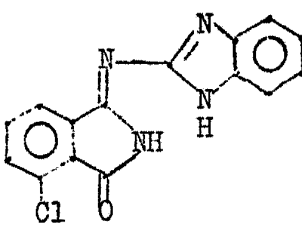
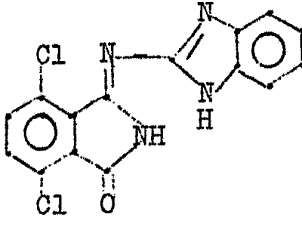
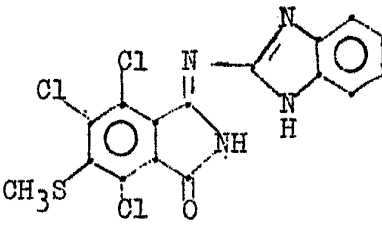
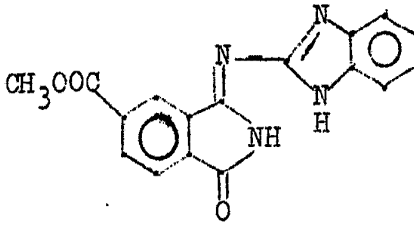
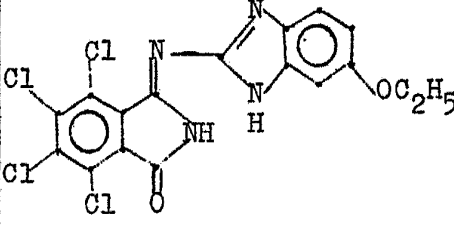
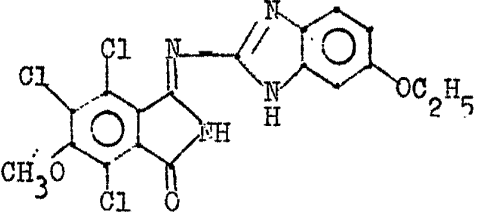
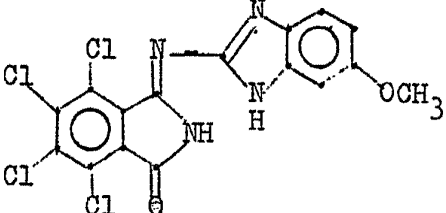
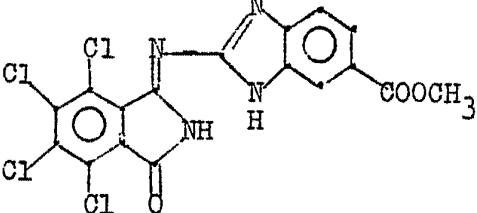
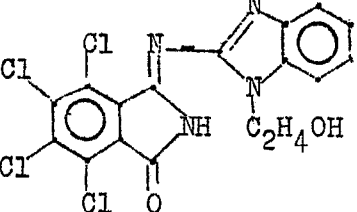
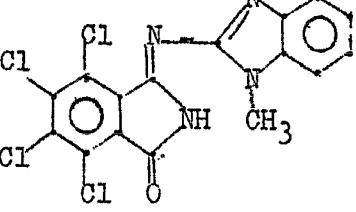
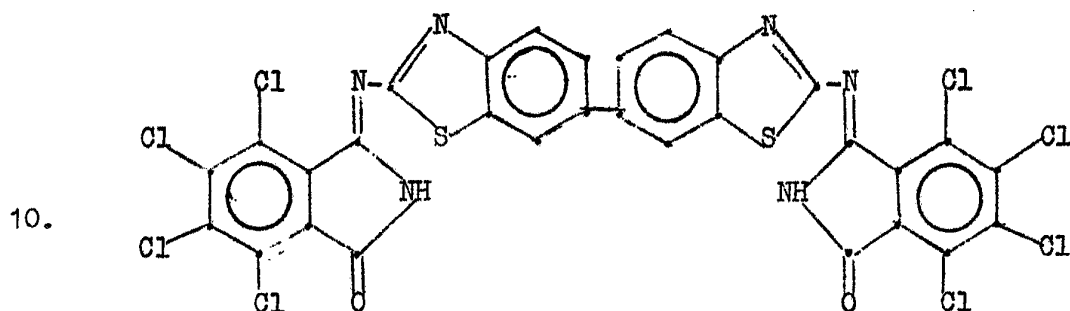
Ej. nº	Colorante isocindolinónico	Contenido de metal en %			Matiz en el barniz
		M	hall.	calc.	
5. 40		Co	8,97	9,06	amarillo mediano
10. 41		Co			amarillo rojizo
15. 42		Co	6,51	6,70	amarillo mediano
20. 43		Co			"
25. 44		Co	6,15	6,24	amarillo rojizo

TABLA 4 (cont.)

Ej. nº	Colorante iscindolinónico	Contenido de metal en %			Matiz en el barniz
		M	hall.	calc.	
5. 45		Co	6,19	6,30	amarillo rojizo
10. 46		Co	6,44	6,43	"
15. 47		Co	6,21	6,06	amarillo
20. 48		Co	6,02	6,13	"
25. 49		Co	5,88	6,04	"

EJEMPLO 50

5. Se calientan a 150° durante 1 hora en 50 cc de dimetilformamida con adición de 1,37 g de acetato de cobalto·4H₂O 4,16 g del colorante bis-tetracloroisocindolinónico de la fórmula

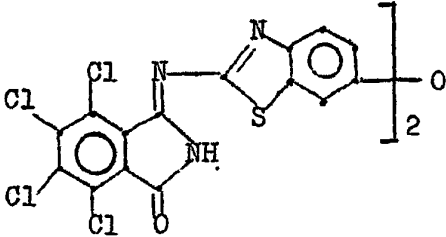
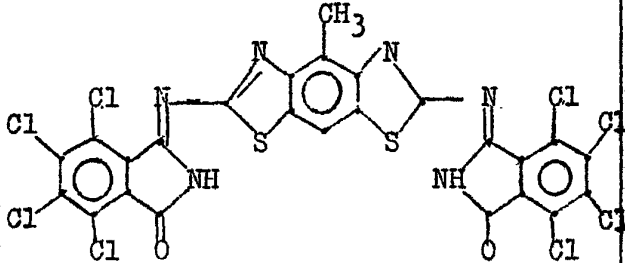


15. obtenido por el procedimiento general de preparación descrito en el Ejemplo 19. La elaboración final del pigmento se efectúa tal como se ha indicado en el Ejemplo 19. Se obtienen 4,05 g del complejo de Co 1:1, que presenta un contenido de 6,65% de Co (teoría para el complejo 1:1 = 6,64% de Co). Si se pone el polvo pigmentario en división fina, pueden pigmentarse con él barnices en matices anaranjados de colorido intenso.
- 20.

EJEMPLOS 51 y 52

25. Si en el Ejemplo 42 se emplean como productos de partida las bis-tetracloroisocindolinonas reseñadas en la Tabla 5, se obtienen igualmente complejos 1:1 con los contenidos de Co indicados en la Tabla 2.

TABLA 5

Ej. nº	Bis-tetracloroisocindolinona	Contenido de Co		Matiz en el barniz
		hall.	calc.	
5.				
10.	51 	6,52	6,57	amarillo mediano
15.	52 	5,8	7,1	anaranjado

20.

EJEMPLO 53

Se calientan a 120° durante 2 horas en 100 cc de éter monoetilico de etilenglicol, con adición de 0,25g de acetato de cobalto·4H₂O y 0,88 g de acetato de zinc·2H₂O 4,0 g de tetracloroisocindolinona del colorante todavía no metalizado que se ha descrito en el Ejemplo 22. Se filtra por succión a 100° el pigmento formado y se le lava con metanol frío, con acetona y con agua. Después de secar se obtienen 4,1 g del complejo mixto 1:2, cuyo contenido de metal se compone de 20% de Co y 80% de zinc. Si se pone

25.

el pigmento en división fina y se le incorpora a la laminación de cloruro de polivinilo, se obtiene con él una hoja de matiz amarillo puro, que tiene extraordinaria resistencia a la migración y a la luz.

5.

EJEMPLO 54

En las condiciones de reacción del Ejemplo 51 se metalizan con 1,25 g de acetato de cobalto . $4H_2O$ y 1,1 g de acetato de zinc . $2H_2O$ 5,24 g del colorante todavía no metalizado del Ejemplo 1. Se obtiene así el complejo mixto, cuyo contenido de metal se compone de 50 % de Co y 50 % de Zn. Incorporado a la laminación de cloruro de polivinilo, este complejo da una hoja amarilla que tiene buena resistencia a la migración y a la luz.

10.

15.

EJEMPLO 55

Se agitan entre sí 65 partes de cloruro de polivinilo estabilizado, 35 partes de ftalato de dioctilo y 0,2 partes del colorante obtenido según el Ejemplo 1 y luego se lamina la mezcla en vaivén en una calandria de dos rodillos, a 140° y durante 7 minutos. Se obtiene una hoja teñida de un amarillo brillante, con muy buena resistencia a la luz y a la migración.

20.

EJEMPLO 56

Se muelen durante 48 horas en un molino de bolas 10 g de dióxido de titanio y 2 g del pigmento preparado según el Ejemplo 1, junto con 88 g de una mezcla de 26,4 g de resina alquídica de coco, 24,0 g de resina de melamina-formaldehído (50 % de contenido de materia seca), 8,8 g de éster monometílico de etilen -

25.

glicol y 28,8 g de xileno.

Si se rocía este barniz sobre una hoja de aluminio, se le somete a secado previo por 30 minutos a la temperatura del ambiente y se le cuece luego a 120° C, durante 30 minutos, se obtiene un laqueado amarillo brillante, que además de tener buena intensidad de colorido se distingue por muy buena resistencia al sobrelaqueado, a la luz y a la intemperie.

EJEMPLO 57

10. (Laca al fuego de resina acrílica)

Se remueven

4 partes del pigmento del Ejemplo 1, finamente dividido, en 20 partes de disolvente de la composición siguiente :

15. 50 partes de Solvesso 150 (mezcla de hidrocarburos aromáticos),

15 partes de acetato de butilo,

5 partes de Exkin II (regulador de la fluencia a base de cetoxima),

20. 25 partes de metil-isobutilcetona y
5 partes de aceite de silicona (al 1 % en Solvesso 150).

Una vez alcanzada la división completamente fina (según el tipo de agitador, al cabo de unos 15 a

25. 60 minutos), se añaden los aglomerantes, o sea

48,3 partes de Baycryn L 530 (resina acrílica) (al 51 % en xileno/butanol 3:1) y
23,7 partes de Maprenal TTX (resina melamínica) (al 55 % en butanol).

Después de breve homogeneización, se aplica la laca por los métodos usuales, como rociadura e inmersión o, especialmente para el revestimiento continuo de chapas metálicas, por el método "Coil-Coating", y se la cuece (130°, cocción durante 30 minutos). Los laqueados amarillos que se obtienen se distinguen por una fluencia muy buena, gran brillo y excelente división fina del pigmento, así como por excelentes propiedades de resistencia a la intemperie.

5.

10.

EJEMPLO 58

En un recipiente cerrado se sacude durante 15 minutos en una máquina sacudidora un granulado de tereftalato de polietileno no mateado, apto para la fabricación de fibras, junto con 1 % del colorante del Ejemplo 1. Los granos del granulado, teñidos uniformemente, se hilan en una instalación de hilatura en fusión (285 ± 3°; tiempo de permanencia en la máquina hiladora: alrededor de 5 minutos), formando hilos que se extienden y devanan en una instalación estiradora-torcedora. Se obtienen tinturas amarillas vivas, que se distinguen por extraordinaria solidez a la luz, excelente resistencia al lavado, a la limpieza en seco, a la sobretinción y a la sublimación, gran estabilidad frente al blanqueo con clorito y muy buena resistencia al frote después de la termofijación del material teñido.

15.

20.

25.

EJEMPLO 59

Se extruye e hila de la misma manera que en el Ejemplo 58, con 1 % del colorante según el Ejemplo 22, un granulado de polipropileno apto para la fabricación de

fibras. Se obtienen fibras de una tintura pardoamarilla de extraordinarias propiedades.

EJEMPLO 60

(Laca al fuego de resina acrílica)

5. Se remueven
4 partes del pigmento del Ejemplo 2, finamente dividido, en 20 partes de disolvente de la composición siguiente :
- 50 partes de Solvesso 150 (mezcla de hidrocarburos aromáticos),
10. 15 partes de acetato de butilo,
5 partes de Exkin II (regulador de la fluencia a base de cetoxima),
25 partes de metil-isobutilcetona y
15. 5 partes de aceite de silicona (al 1% en Solvesso 150).
- Una vez alcanzada la división completamente fina (según el tipo de agitador, al cabo de unos 15 a 60 minutos), se añaden los aglomerantes, o sea
20. 48,3 partes de Baycryl L 530 (resina acrílica)
(al 51 % en xileno/butanol 3:1) y
23,7 partes de Maprenal TTX (resina melamínica)
(al 55 % en butanol).
- Después de breve homogeneización, se aplica
25. la laca por los métodos usuales (como rociadura e inmersión) o, especialmente para el revestimiento continuo de chapas metálicas, por el método "Coil-Coating" y se le cuece (130°; cochura durante 30 minutos). Los laqueados amarillos que se obtienen se distinguen por muy

buena fluencia, gran brillo y excelente división fina del pigmento, así como por excelentes propiedades de resistencia a la intemperie.

EJEMPLO 61

5. Se agitan conjuntamente 65 partes de cloruro de polivinilo estabilizado, 35 partes de ftalato de dioctilo y 0,2 partes del colorante obtenido según el Ejemplo 2 y luego se lamina la mezcla en vaivén en una calandria de dos rodillos, a 140° y durante 7 minutos. Se obtiene una hoja teñida de amarillo con muy buena resistencia a la luz y a la migración.
- 10.

EJEMPLO 62

15. Se muelen durante 48 horas en un molino de bolas 10 g de dióxido de titanio y 2 g del pigmento preparado según el Ejemplo 22, junto con 88 g de una mezcla de 26,4 g de resina alquídica de coco, 24,0 g de resina de melamina-formaldehído (50 % de contenido de materia seca), 8,8 g de éter monometílico de etilenglicol y 28,8 g de xileno.

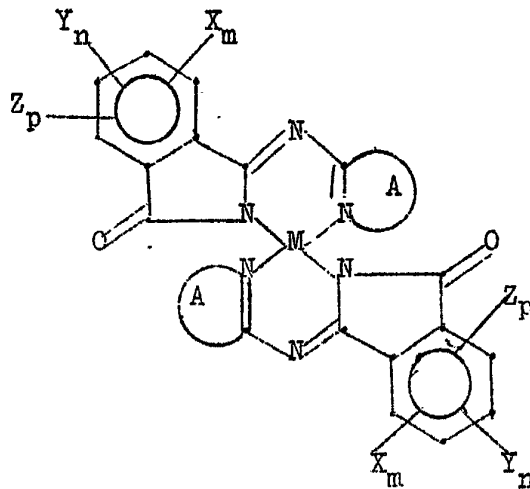
20. Si se rocía esta laca sobre una hoja de aluminio, se la somete a secado previo a la temperatura del ambiente durante 30 minutos y luego se la cuece a 120° C durante 30 minutos, se obtiene un laqueado amarillo que además de tener buena intensidad de colorido se distingue por muy buena resistencia al sobrelaqueado, a la luz y a la intemperie.
- 25.

REIVINDICACIONES

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 13919/74 del 17 de octubre de 1974.

1.- Procedimiento para la preparación de complejos metálicos de iminoisocindolina, aptos para pigmentar material orgánico macromolecular, cuyos complejos metálicos presentan la fórmula

10.



15.

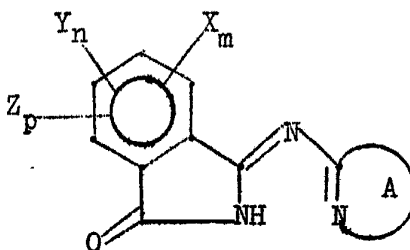
20.

en la que

25.

- A significa un radical heterocíclico pentagonal o hexagonal que presenta a lo menos otro heteroátomo más y que puede estar anillado o doblado con núcleos bencénicos,
- M significa un átomo de metal, divalente, con excepción de los metales alcalinotérreos,
- X significa un átomo de H,
- Y significa un átomo de halógeno,

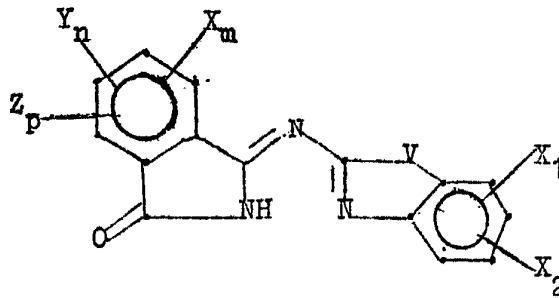
5. Z significa un grupo alcóxicarbonílico con 2 a 6 átomos de carbono, un grupo nitro o un grupo de la fórmula RY_2 - (donde R representa un átomo de H, un grupo alquílico de 1 a 6 átomos de carbono, eventualmente sustituido por un radical arílico, un grupo cicloalquílico de 5 ó 6 átomos de carbono o un grupo arílico, mientras que Y_2 representa un átomo de O o de S),
10. m y n significan 0 a 4,
 p significa 0 a 2
y la suma de $m + n + p$ debe ser 4,
caracterizado por tratarse iminoisoindolinonas de la fórmula
15. fórmula



20.

con agentes que cedan metales no alcalinotérreos polivalentes.

25. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por partirse de iminoisoindolinonas de la fórmula



5.

en la que

X, Y, Z, m, n y p tienen el mismo significado que en la reivindicación 1,

10.

mientras que

X₁ e Y₁

significan átomos de H o de halógeno, grupos de alquilo, alcoxilo, alcoxicarbonilo, alquilsulfonilo o alquilcarbamoilo con 1 a 6 átomos de carbono o grupos de nitro, carbamoilo o arilcarbamoilo

15.

o bien los radicales

X₁ e Y₁

forman un anillo bencénico yuxtacondensado, y

20.

V

significa un grupo imínico.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque en su realización se prefieren como agentes que ceden metal las sales de cobalto, del cobre o del níquel.

25.

4.- Procedimiento para la preparación de complejos metálicos de iminoisindolinona.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 33 hojas foliadas y

441831

- 33 -

escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 16 de Octubre de 1975.

p.a.

JUAN E. ISERN

p. p.

Firmado: JOSE L. MORA