



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

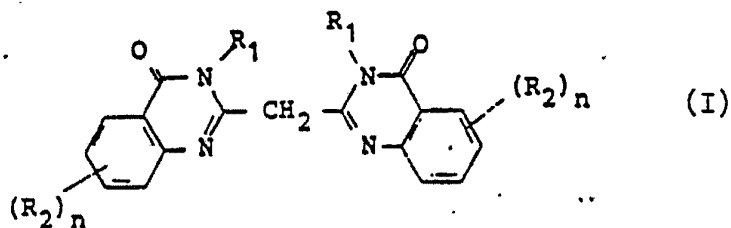
10 ES	11 NUMERO - 478.840	10 A1
21	22 FECHA DE PRESENTACION 21-3-79	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
P 28 12 635.4	22 de Marzo de 1978	R. Federal Alemana
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07D239/80; C09B29/06	
54 TITULO DE LA INVENCION		
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS HETEROCICLICOS		
71 SOLICITANTE (S)		
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Leverkusen-Bayerwerk, R. Federal Alemana		
72 INVENTOR (ES)		
Dr. Meinhard Rolf. Dr. Rütger Neeff, Walter Müller		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
GOMEZ-ACEBO		

CANCELADO

El objeto de la invención son compuestos heterocíclicos de fórmula



5 procedimientos para su obtención, su empleo como componentes de copulación para colorantes azóicos, así como los pigmentos azóicos preparados de ellos.

En la fórmula I significan

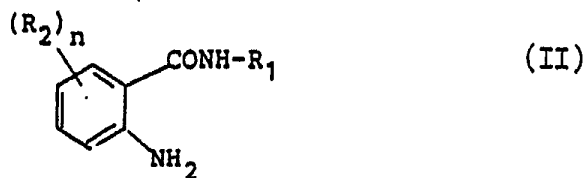
- 10 R_1 hidrógeno, C_1 - C_4 -alquilo, especialmente metilo ó, ambos R_1 juntos CO,
- R_2 un sustituyente y
- n 0, 1, 2, 3 ó 4.

15 Sustituyentes R_2 adecuados son, por ejemplo, halógeno, tal como cloro y bromo, C_1 - C_4 -alquilo, C_1 - C_4 -alcoxi, nitro, trifluormetilo, ciano, carbonamida, en caso dado sustituida, y sulfonamida, acilamino ó arilamino.

20 Como sustituyentes de los grupos carbonamida y sulfonamida entran en consideración C_1 - C_4 -alquilo, fenilo, en caso dado sustituido por C_1 - C_4 -alquilo, C_1 - C_4 -alcoxi, fluor, cloro, bromo ó nitro y bencilo. Como grupo acilo son de mencionar especialmente C_1 - C_4 -alquilcarbonilo y benzoilo, en caso dado sustituido en el núcleo benceno por cloro, C_1 - C_4 -alquilo, C_1 - C_4 -alcoxi ó nitro. El arilamino es especialmente fenilamino, en caso dado sustituido por C_1 - C_4 -alquilo, C_1 - C_4 -alcoxi, fluor, cloro, bromo ó nitro.

Los compuestos de fórmula I se obtienen por reacción

de derivados funcionales de ácido malónico con amidas del ácido antranílico de fórmula



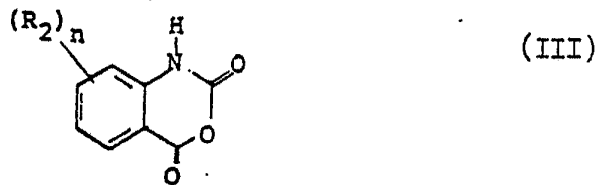
donde

5 R_1 , R_2 y n tienen el significado arriba indicado.

El derivado del ácido malónico y la amida del ácido antranílico se hacen reaccionar en proporción molar 1:2, empleándose por lo general la amida del ácido antranílico en un exceso de 0,1 hasta 10 veces. La reacción se efectúa a 120 hasta 220°C en sustancia
 10 ó en un disolvente orgánico diferente, tal como o-diclorobenceno, 1,2,4-triclorobenceno, etilenglicoldimetiléter, etilenglicoldietiléter, xileno ó nitrobenzeno, en caso dado en presencia de cantidades catalíticas (0,001 hasta 0,1 mol por mol de derivado de ácido malónico) de bases orgánicas, tales como piridina, quinolina, trietilamina, N,N-dimetilanilina, N,N-dimetilbencilamina, N-metilmorfolina
 15 ó diazabicyclooctano.

Como derivados del ácido malónico entran especialmente en consideración los haluros del ácido malónico, ante todo el dicloruro del ácido malónico, ante todo el éster de dimetilo y de
 20 dietilo, los iminoalquilésteres del ácido malónico, especialmente el éster de dimetilo y de dietilo así como malodinitrilo.

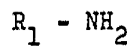
Las amidas del ácido antranílico de fórmula II se obtienen por reacción de los correspondientes anhídridos de ácido isazóico de fórmula



donde

R_2 y n tienen el significado arriba indicado,
con aminas de fórmula

5



donde

R_1 tiene el significado arriba indicado.

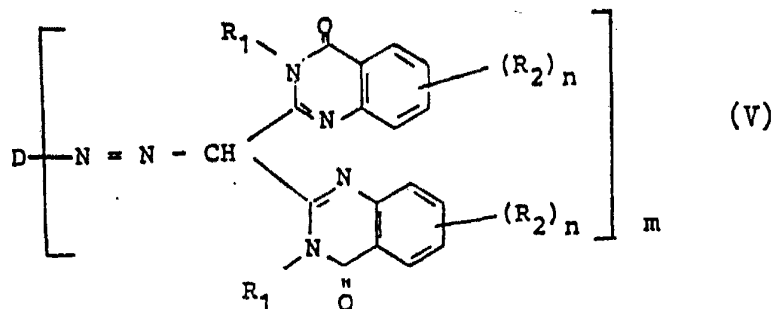
Los compuestos de fórmula I son compuestos ligeramente amarillos, de alto punto de fusión de difícil solubilidad en disolventes orgánicos. Son adecuados como componentes de copulación para la preparación de colorantes azóicos, en especial para la obtención de pigmentos azóicos.

10

Especialmente preferente es aquí el compuesto donde R_1 significa hidrógeno y n es 0.

15

Otro objeto de la invención son, por lo tanto, los pigmentos azóicos de fórmula



donde

D significa el resto de una amina aromática ó heteroaromática libre de grupo ácido sulfónico y

m representa un número entero, preferentemente 1 ó 2 y

5 R_1 , R_2 y n tienen los significados arriba indicados.

Componentes diazóticos adecuados son, por ejemplo, anilina, 2-metilanilina, 2,4-dimetilanilina, 2-nitroanilina, 3-nitroanilina, 4-nitroanilina, 2,4-dinitroanilina, 2-cloro-4-nitroanilina, 4-cloro-2-nitroanilina, 2-cloro-5-nitroanilina, 2-nitro-4-metilanilina, 2-metil-4-nitroanilina, 2-metil-5-nitroanilina, 4-metoxi-2-nitroanilina, 2-cian-4-nitroanilina, 2-bromo-4-nitroanilina, 2-nitro-4-metilsulfonilanilina, 2-nitro-4-etilsulfonilanilina, 2-cloroanilina, 4-cloroanilina, 2,4-dicloroanilina, 2,5-dicloroanilina, 2,6-dicloroanilina, 3,4-dicloroanilina, 3,5-dicloroanilina, 2,4,5-tricloroanilina, 2,4,6-tricloroanilina, 2-cian-5-cloroanilina, 2-metil-4-cloroanilina, 2-metil-5-cloroanilina, 2,4-dicloro-5-etilanilina, 2,5-dicloro-4-metilanilina, 2-cloro-4-metil-sulfonilanilina, 2-cian-4-nitroanilina, 2,4-dicloro-5-metoxianilina, 2-trifluormetil-anilina, 2-cloro-5-trifluormetilanilina, 4-cloro-2-trifluormetilanilina, 3,5-bis-trifluormetilanilina, 2,4-dimetoxianilina, 2,5-dimetoxianilina, 2,5-dietoxianilina, 2,4-dimetoxi-5-cloroanilina, 2,5-dimetoxi-4-cloroanilina, 2-metoxi-5-metilanilina, 4-metoxi-2-metilanilina, 2-metoxi-5-metil-4-cloroanilina, 2-metoxi-4-nitroanilina, 4-metoxi-2-nitroanilina, 2-metoxi-5-nitroanilina, 2,5-dimetoxi-4-nitroanilina, 2-metoxi-5-metil-4-nitroanilina, 2-metoxi-5-cloro-4-nitroanilina, 2-metoxi-5-etilsulfonilanilina, 2-metoxi-5-fenilsulfonilanilina, 2-metoxi-5-fenilsulfonilanilina, 2-metoxi-5-bencilsulfonilanilina, 2-metoxi-4-cloroanilina, 2-etoxi-4-cloroanilina, 2-metoxi-5-cloroanilina, 2-etoxi-5-cloroanilina, 2-metoxi-4,5-dicloroanilina, 2-amino-5-cloro-difeniléter, 2-amino-4,4'-diclorodifeniléter, 2-amino-4,6-dicloro-

10

15

20

25

30

difeniléter, 4-amino-5-metoxibencenosulfonato de 4-nitrofenilo, 5-acetilamino-2-nitroanilina, 5-acetilamino-2-cloro-5-metilanilina, 4-acetilamino-2,5-dicloroanilina, 5-acetilamino-2,4-dicloroanilina, 4-benzoilamino-2-metil-5-metoxianilina, 5-benzoilamino-2-cloroanilina, 4-benzoilamino-2-cloro-5-metoxianilina, ácido 2-aminobenzóico, 2-amino-benzoato de metilo, 2-aminobenzoato de etilo, 2-aminobenzoato de isobutilo, 4-cloro-2-amino-benzoato de metilo, 5-cloro-2-amino-benzoato de metilo, 6-cloro-2-aminobenzoato de metilo, 3,5-dicloro-2-aminobenzoato de metilo, 4,6-dicloro-2-aminobenzoato de metilo, 5-bromo-2-aminobenzoato de metilo, 4-nitro-2-aminobenzoato de metilo, 5-nitro-2-aminobenzoato de metilo, 4-metil-2-aminobenzoato de metilo, 5-metil-2-aminobenzoato de metilo, 6-metil-2-aminobenzoato de metilo, 4-trifluormetil-2-aminobenzoato de metilo, 4-metoxi-2-aminobenzoato de metilo, 4-metoxi-3-aminobenzoato de fenilo, 4-carbamoil-2-aminobenzoato de metilo, 4-acetilamino-2-aminobenzoato de metilo, 4-benzoilamino-2-aminobenzoato de metilo, 4-(2,5-diclorobenzoilamino)-2-aminobenzoato de metilo, 4-sulfamoil-2-aminobenzoato de metilo, 2-aminonaftalin-3-carboxilato de metilo, 4-metil-3-aminobenzoato de metilo, 1-aminobenceno-2,5-dicarboxilato de dimetilo, 1-aminobenceno-3,5-dicarboxilato de dimetilo, 2-aminobenzoamida, 4-aminobenzoamida, 4-cloro-3-aminobenzoamida, 4,6-dicloro-3-aminobenzoamida, 3-amino-4-metoxi-benzoamida, 3-amino-4-metoxibenzofenilamida, 3-amino-4-metilbenzometilamida, 3-amino-4-metilbenzo-(2,4-dimetilfenil)-amida, 1-aminobenceno-3,5-dicarbodiamida, 3-amino-4-metilbenzo-(2,5-dicloro-fenil)-amida, 3-amino-4-metoxicarbonilbenzoamida, 3-amino-4-metoxicarbonilbenzofenilamida, 3-amino-4-metoxicarbonilbenzo-(2,5-dicloro-fenil)-amida, 3-amino-4-metoxibencenosulfonamida, 3-amino-4-metoxibencenosulfondietilamida, 2,5-dimetoxi-4-aminobencenosulfonmetilamida, 2-metil-5-metoxi-4-aminobencenosulfonmetilamida, 3-amino-4-metilbencenosulfonfenilamida, 4-amino-2,5-dimetoxibencenosulfonmetil-

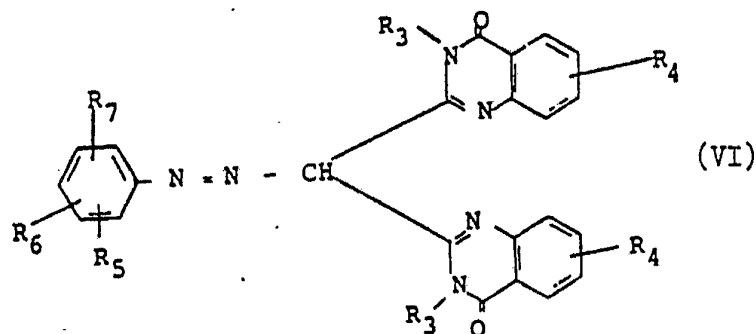
amida, 4-amino-2-metil-5-metoxibencenosulfonmetilamida, 2-cloro-1-aminonaftalina, 1-amino-2-metoxinaftalina, 1-amino-4-nitronaftalina, 2-amino-5-nitronaftalina, 2-aminotiazol, 2-amino-4-metiltiazol, 2-amino-5-clorotiazol, 2-amino-5-nitrotiazol, 2-amino-4-metiltiazol-5-carboxilato de metilo, 2-amino-4-metiltiazol-5-carbondimetilamida, 2-aminobenzotiazol, 2-amino-6-metilbenzotiazol, 2-amino-5-metoxibenzotiazol, 2-amino-6-metoxibenzotiazol, 2-amino-6-clorobenzotiazol, 2-amino-6-metilsulfonilbenzotiazol, 6-metil-2-(4-aminofenil)-benzotiazol, 5-amino-3-fenil-1,2,4-tiadiazol, 2-amino-4-metilcarboestirilo, 6-amino-4-metil-2-clorocarboestirilo, 3-amino-4-metoxibenzoxazol, 6-amino-2,4-dihidroxiquinazolina.

1-aminoantraquinona, 2-aminoantraquinona, 1-amino-2-cloroantraquinona, 1-amino-4-cloroantraquinona, 1-amino-5-cloroantraquinona, 1-amino-6-cloroantraquinona, 1-amino-6(7)-cloroantraquinona (mezcla), 1-amino-5,8-dicloroantraquinona, 1-amino-2-bromoantraquinona, 1-amino-2,4-dibromoantraquinona, 1-amino-6,7-dicloroantraquinona, 1-amino-6-fluorantraquinona, 1-amino-7-fluorantraquinona, 1-amino-6,7-difluorantraquinona, 2-amino-1-cloroantraquinona, 2-amino-3-cloroantraquinona, 2-amino-3-bromoantraquinona, 1-amino-4-nitroantraquinona, 1-amino-5-nitroantraquinona, 1-amino-2-metil-antraquinona, 1-amino-2-metil-4-cloroantraquinona, 1-amino-2-metil-4-bromoantraquinona, ácido 1-aminoantraquinon-2-carboxílico, 1-amino-antraquinon-2-carbonamida, 1-aminoantraquinon-2-carboxilato de metilo, ácido 1-amino-4-nitroantraquinon-2-carboxílico, 1-amino-2-acetil-antraquinona, 1-amino-5-benzoilaminoantraquinona, 1-amino-4-benzoilaminoantraquinona, 1-amino-4-hidroxiantraquinona, 1-amino-5-hidroxiantraquinona, 1-amino-4-metoxiantraquinona, 1-amino-2-metoxi-4-hidroxiantraquinona, 1-amino-4-metilaminoantraquinona, 1-amino-4-ciclohexilaminoantraquinona, 1-amino-4-anilinoantraquinona, 1-amino-6-metilmercaptoantraquinona, 2-fenil-6-amino-4,5-ftaloilbenzimidazol, 6-cloro-2-amino-3,4-

ftaloilacridona, 7-cloro-2-amino-3,4-ftaloilacridona, 5-cloro-8-amino-3,4-ftaloilacridona, 4-aminoantrapiridona, 5-aminoantrapiridona, 1,5-diaminoantraquinona, 1,4-diaminoantraquinona, 1,8-diaminoantraquinona, 2,6-diaminoantraquinona, 1,5-diamino-4-cloroantraquinona, 1,4-diamino-5-nitroantraquinona, 1,5-diamino-2,4,6,8-tetrabromoantraquinona, 1,5-diamino-4,8-dihidroxi-antraquinona, 1,8-diamino-4,5-dihidroxi-antraquinona, 4,4'-diamino-1,1'-diantrimida, 4,4'-diaminobifenilo, 4,4'-diamino-3,3'-dimetoxibifenilo, 4,4'-diamino-3,3'-dietoxibifenilo, 4,4'-diamino-2,2'-diclorobifenilo, 4,4'-diamino-3,3'-diclorobifenilo, 4,4'-diamino-2,2',5,5'-tetraclorobifenilo, 4,4'-diamino-2-nitrobifenilo, 4,4'-diamino-3-metilbifenilo, 4,4'-diamino-2,2'-dimetilbifenilo, 4,4'-diamino-3,3'-dimetilbifenilo, 4,4'-diamino-3,3'-dimetoxi-6,6-diclorobifenilo, 1-amino-8-benzoil-aminoantraquinona, 1-amino-2-bromo-4-(4-metilfenilsulfonilamino)-antraquinona.

Componentes diazóicos preferentes son aquellos de la serie benceno y antraquinona.

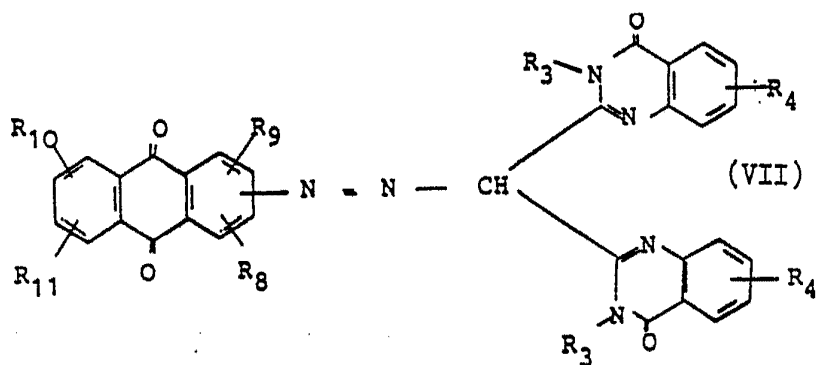
tienen especial preferencia los colorantes de fórmula



donde

- R_3 significa hidrógeno ó metilo,
- R_4 significa hidrógeno, C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, fluor, cloro, bromo, nitro, C_1-C_4 -alquilcarbonilamino ó C_1-C_4 -alquilsulfonilamino,
- R_5 significa hidrógeno, halógeno, tal como fluor, cloro y bromo, C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, nitro, ciano, C_1-C_4 -alquilsulfonilo, trifluormetilo, C_1-C_4 -alquilcarbonilamino, benzoil-amino, en caso dado sustituido por C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, fluor, cloro, bromo ó nitro, C_1-C_4 -alcoxicarbonilo, carbonamida ó sulfonamida, en caso dado mono- ó disustituida por C_1-C_4 -alquilo, fenilo ó bencilo, donde el fenilo y el bencilo pueden estar ulteriormente sustituidos por C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, fluor, cloro, bromo y nitro,
- R_6 significa hidrógeno, halógeno, tal como fluor, cloro y bromo, C_1-C_4 -alquilo, ciano, C_1-C_4 -alcoxi, nitro ó trifluormetilo y
- R_7 significa hidrógeno, cloro, C_1-C_4 -alquilo ó C_1-C_4 -alcoxi.

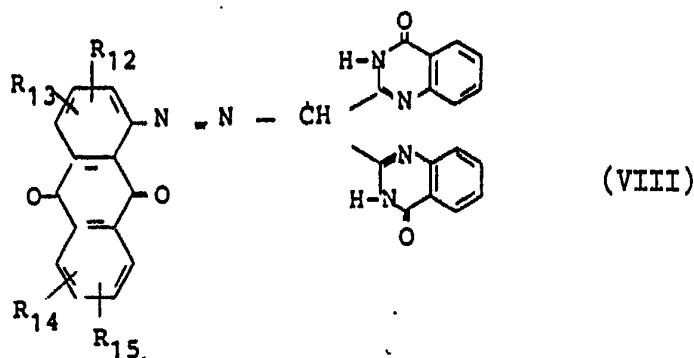
Otros colorantes preferentes corresponde a la fórmula



- donde
- R_3 y R_4 tienen los significados arriba indicados,
- R_8 significa hidrógeno, halógeno, tal como fluor, cloro y bromo, nitro, C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, C_1-C_4 -alquil-amino, bencilamino, ciclohexilamino, C_1-C_4 -alquilmercapto, fenilmercapto, en caso dado sustituido por C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, fluor, cloro, bromo ó nitro, C_1-C_4 -alquil-carbonilo, C_1-C_4 -alcoxycarbonilo, fenilamino, en caso dado sustituido por C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, cloro ó nitro, carbonamida, en caso dado mono- ó disustituida por C_1-C_4 -alquilo, bencilo ó fenilo, donde el fenilo puede estar sustituido por C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, fluor, cloro, bromo ó nitro, carboxi, hidroxí, C_1-C_4 -alquilcarbonilamino ó benzoilamino, en caso dado sustituido por C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, cloro, bromo ó nitro ó fenilsulfonilamino, en caso dado sustituido por C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, fluor, cloro, bromo ó nitro,
- R_9 significa hidrógeno, cloro ó hidroxí,
- R_{10} significa hidrógeno, halógeno tal como fluor, cloro ó bromo, nitro, C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, C_1-C_4 -alquil-amino, C_1-C_4 -alquilmercapto, fenilmercapto, en caso dado sustituido por C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, fluor, cloro, ó bromo ó nitro, C_1-C_4 -alcoxycarbonilo, C_1-C_4 -alquil-carbonilo, bencilamino, ciclohexilamino, fenilamino, en caso dado sustituido por C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, cloro, bromo ó nitro, carboxi, hidroxí, carbonamida, en caso dado mono- ó disustituida por C_1-C_4 -alquilo, bencilo, ó fenilo, donde el fenilo puede estar sustituido por C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, fluor, cloro, bromo ó nitro, C_1-C_4 -alquilo, carbonilamino, benzoilamino en caso dado sus-

5 sustituido por C₁-C₄-alquilo, C₁-C₄-alcoxi, cloro, bromo
 ó nitro, C₁-C₄-alquilsulfonilamino ó fenilsulfonilamino,
 en caso dado sustituido por C₁-C₄-alquilo, C₁-C₄-alcoxi,
 fluor, cloro, bromo ó nitro y
 R₁₁ significa hidrógeno, halógeno, tal como fluor, cloro y
 bromo ó hidroxí.

Especialmente preferentes son los pigmentos de fórmula



donde
 10 R₁₂, R₁₃, R₁₄ y R₁₅ significan hidrógeno, cloro, bromo, carboxi,
 C₁-C₄-alcoxicarbonilo, carbonamida, C₁-C₄-
 alquylcarbonilamino, benzoilamino, en caso dado
 sustituido por 1 ó 2 nitro ó 1 hasta 5 cloro ó
 bromo, C₁-C₄-alquilsulfonilamino ó fenilsulfonil-
 15 amino, en caso dado sustituido por metilo,
 metoxi ó cloro.

La obtención de los pigmentos azóicos V se efectua
 por copulación de aminas aromáticas diazotadas de fórmula



20 donde
 D tiene el significado arriba indicado, con compuestos hetero-

cíclicos I.

Para las reacciones de copulación se pueden emplear varios procedimientos:

- 5 (1) La suspensión acuosa ó alcalino-acuosa ó la solución de los componentes de copulación se agrega a la solución de sal diazónica acuosa-ácida. Se agita hasta terminar la reacción y el colorante se purifica por calentamiento en un disolvente orgánico, tal como n-butanol, tolueno, clorobenceno, piridina, nitrobenzono, o-
- 10 diclorobenceno, 1,2,4-triclorobenceno, tetrametilensulfona, dimetilformamida, N-metilpirrolidona, etilenglicoldimetiléter ó etilenglicoldietiléter.
- (2) El componente diazónico VIII se diazota en un disol-
- 15 vente orgánico tal como dimetilformamida, dimetilacetamida, sulfóxido dimetílico, tetrametilensulfona, tetrafenilúrea, N-metilpirrolidona, nitrobenzono, o-diclorobenceno, 1,2,4-triclorobenceno, etilenglicoldimetiléter, etilenglicoldietiléter ó ácido acético en presencia de un ácido, tal como ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácido benceno-
- 20 sulfónico, ácido etansulfónico, ácido p-toluenosulfónico, ácido naftalen-2,6-disulfónico, ácido fórmico, ácido acético, ácido dicloroacético, ácido 2,4-diclorobenzóico, ácido oxálico, ácido succínico, ácido maléico, ácido tartárico ó ácido tereftálico con nitritos orgánicos, tales como nitrito metílico, nitrito etílico, nitrito isoamílico ó, ventajosamente, con nitritos de glicoles ó derivados del glicol, tales como metoxietilnitrito, etoxietilnitrito ó nitritos de metal alcalino, tal como nitrito sódico. Después se introduce y agita una suspensión del componente de copulación, convenientemente en el mismo disolvente. Terminada la copulación se purifica
- 25 el producto en bruto por elevación de la temperatura a 90 hasta 200°C
- 30

en la solución de copulación y se aísla por succión.

El segundo procedimiento se puede variar en el sentido de que el componente diazónico y el componente de copulación se presentan en el disolvente orgánico y se agrega el nitrito alquílico ó el nitrito alquilmético, de manera que la diazotación y la copulación se realicen simultáneamente. También en ésta variante del procedimiento se efectúa a continuación convenientemente un tratamiento térmico para la purificación del pigmento así obtenido.

(3) El componente de copulación I se transforma en su sal en un disolvente orgánico tal como dimetilformamida, dimetilacetamida, sulfóxido dimetílico, tetrametilensulfona, tetrafenilúrea, N-metilpirrolidona, nitrobenzono, nitrotolueno, o-diclorobenzono, 1,2,4-triclorobenzono, etilenglicoldimetiléter ó etilenglicoldietiléter a temperaturas entre 20 y 180°C con ácidos orgánicos, tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido cloroacético, ácido dicloroacético, ácido diclorobenzóico, ácido oxálico ó ácido maleínico. Después se agrega el componente diazónico y se diazota y copula a temperaturas desde -10 hasta 100°C por adición de los nitritos de metal alcalino que se pueden emplear cristalinos ó como soluciones acuosas ó los nitritos orgánicos, tales como nitrito amílico, nitrito metílico ó los nitritos de los glicoles. También aquí se efectúa convenientemente a continuación un tratamiento térmico del pigmento así obtenido.

Los pigmentos de fórmula V se obtienen en una forma adecuada para los pigmentos ó se pueden transformar en una forma adecuada mediante procedimientos de tratamiento ulterior en sí conocidos, por ejemplo, por disolución ó esponjamiento en ácidos inorgánicos fuertes, tal como ácido sulfúrico y vertidos sobre hielo. La

distribución fina se puede lograr mediante molturación con ó sin agentes auxiliares de la molturación, tales como sales inorgánicas ó arena, en caso dado en presencia de disolventes, tales como tolueno, xileno, diclorobenceno ó N-metilpirrolidona. La intensidad del color y la transparencia del pigmento se pueden influenciar por variación del tratamiento ulterior.

Los pigmentos de fórmula V son adecuados, debido a su solidez a la luz y a la migración, para las más distintas aplicaciones de pigmento. Los pigmentos de la presente invención se pueden emplear para la obtención de sistemas muy solidamente pigmentados, tales como mezclas con otras sustancias, preparados, pinturas, tintas de impresión, papeles teñidos y sustancias macromoleculares teñidas. Bajo mezcla con otras sustancias se pueden entender, por ejemplo, aquellas con pigmentos blancos inorgánicos, tales como dióxido de titanio (rutilo) ó con cemento. Preparados son, por ejemplo, pastas con líquidos orgánicos ó masas ó masas finas con agua, agentes de dispersión y, en caso dado, agentes de conservación. La denominación medios de pintura está, por ejemplo, por lacas de secado físico ú oxidativo, lacas de cochuración, lacas de reacción, lacas de los componentes, pinturas de dispersión para recubrimientos resistentes a los agentes atmosféricos y pinturas de cola. Bajo tintas de estampación se entienden aquellas para la estampación de papel, textiles y chapas. Las sustancias macromoleculares pueden ser de origen natural, tales como caucho, obtenerse por modificación química, tales como celulosa acetilica, butirato de celulosa ó viscosa, ó producirse sintéticamente, tales como polímeros de poliadición y policondensados. Sean mencionadas las masas plásticas tales como cloruro de polivinilo, acetato de polivinilo, propionato de polivinilo, poliolefinas, por ejemplo, polietileno ó poliamidas, superpoliamidas, polímeros y copolímeros de ésteres de acrílo, ésteres de metacrilo, acrilonitrilo,

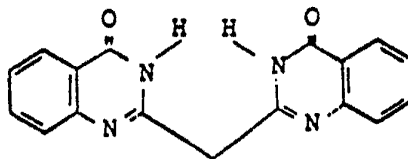
acrilamida, butadieno, estireno, así como poliuretanos y policarbonatos. Las sustancias pigmentadas con los productos reivindicados se pueden presentar en forma arbitraria. Especialmente adecuados son los pigmentos de fórmula V también para el teñido de hilado de poli-
5 acrilnitrilo.

Los pigmentos V, según la presente invención son además excelentemente sólidos al agua, sólidos al aceite, sólidos a los ácidos, sólidos a la cal, sólidos a los alcalis, sólidos a los disolventes, sólidos al sobrelacado, sólidos al sobrepulverizado,
10 sólidos a la sublimación, estables al calor, estables a la vulcanización, tienen mucho rendimiento y se distribuyen bien en masas plásticas.

Ejemplo 1

15

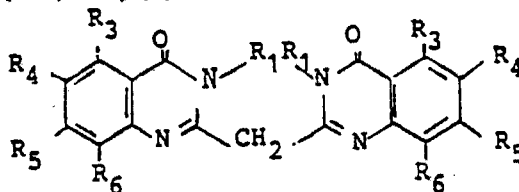
Un 1,2 litros de o-diclorobenceno se introducen 300 cc de malonato de dietilo, 580 g de antranilamida y 6 g de diazabicyclo-
octano. Se coloca un separador de agua y se agita durante 5 horas a 175°C. A continuación se deja enfriar bajo agitación a 80°C, se
20 separa por succión y se lava con o-diclorobenceno. Después de secar se obtienen 480 g (84 % de la teoría) del compuesto de fórmula



como polvo amarillento con un punto de fusión superior a 330°C. La composición se confirma entre otros, por el análisis elemental.

Calculado, (Hallado): C 67,4 (67,0), H 4,3 (4,0), N 18,3 (18,4)

Según el procedimiento mencionado en el ejemplo 1 se obtienen empleando amidas de ácido antranílico sustituidos en lugar de amida del ácido antranílico los siguientes compuestos que se purifican por recristalización en dimetilformamida.



Ejemplo	R ₁	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆
2	CH ₃	H	H	H	H
3	H	Br	H	H	H
4	H	Cl	H	H	H
5	H	H	Cl	H	H
6	CH ₃	H	H	Cl	H
7	H	H	Cl	H	Cl
8	H	H	NO ₂	H	H
9	CH ₃	H	H	NO ₂	H
10	H	H	NHCOCH ₃	H	H
11	H	H	H	NHCOCH ₃	H

Los valores de análisis hallados para los distintos productos concuerdan bien con los valores calculados y no se indican aquí en especial. Otros compuestos son polvos amarillos que a 300°C no han fundido aún y que no se disuelven ó solo muy poco en los di-

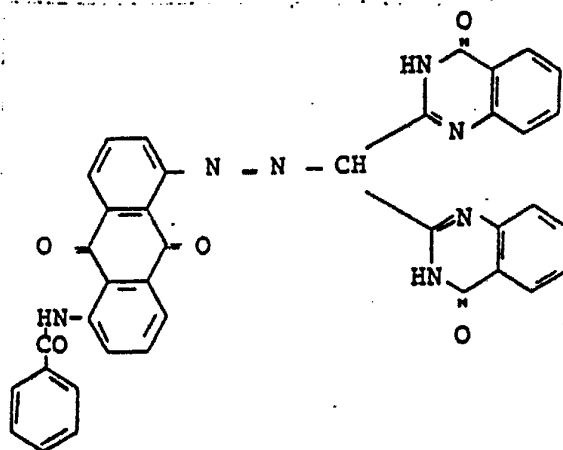
solventes orgánicos usuales

Ejemplo 12

5 a) 35 g de 1-amino-5-benzoilaminoantraquinona (al 87 %) se disuelven bajo enfriamiento en hielo en 180 g de ácido sulfúrico y se diazota con 30 g de ácido nitrosilsulfúrico (al 42 % en ácido sulfúrico). Después de diluir con 250 g de agua se destruye el exceso de nitrito con ácido amidosulfónico y a 70°C se agrega en porciones 10 una suspensión de 30 g del compuesto obtenido según el ejemplo 1 en 150 g de lejía potásica acuosa al 20 %. Después de 30 minutos se separa por succión en caliente y se lava neutro con agua caliente. El producto se separa por filtración y en 300 cc de nitrobenceno se libera del agua por destilación a 130°C.

15 Para lograr una mejor calidad del pigmento se calienta brevemente en nitrobenceno a 160°C. Se deja enfriar a 100°C, se separa por succión y se lava con nitrobenceno y metanol y se seca a 80° en vacío. Se obtienen así 52 g (90 % de la teoría) del pigmento de color naranja de fórmula

20

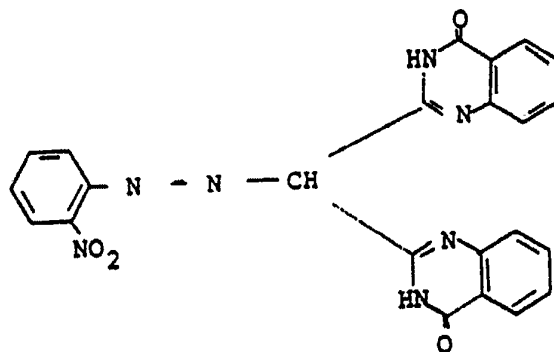


- b) en 80 g de nitrobenzeno se introducen 7 g de 1-amino-5-benzoilaminoantraquinona (al 87 %), 7,5 g del compuesto obtenido según el ejemplo 1 y 5 g de ácido dicloroacético. A 70°C se gotean 3 g de nitrito isoamílico y 17 g de nitrobenzeno. Se agita durante 3 horas a 70°C, se calienta entonces brevemente a 160°C, el precipitado se separa por succión y se lava con nitrobenzeno caliente y metanol. Después de secar se obtienen 11 g (94 % de la teoría) del pigmento mencionado en el ejemplo 12a.
- c) En 90 g de dimetilformamida se diazotan 7 g de 1-amino-5-benzoilaminoantraquinona (al 87 %) con 14 g de ácido nitrosilsulfúrico. Después de destruir el exceso de nitrito con ácido amidosulfónico se agregan 7,5 g del producto obtenido según el ejemplo 1, y se agita durante 2 horas a 70°C. A continuación se calienta brevemente a 140°C, el precipitado se separa por succión a 80°C, se lava con dimetilformamida y agua caliente y se seca. Se obtienen 9 g (77 % de la teoría) del pigmento mencionado en el ejemplo 12a.
- d) En una mezcla de 4,5 litros de nitrobenzeno y 1 litro de ácido fórmico (85%) se agitan 600 g del compuesto obtenido según el ejemplo 1 durante 3 horas a 40°C. El componente de copulación cristaliza aquí como monoformiato. A continuación se agregan 700 g de 1-amino-5-benzoilaminoantraquinona (al 87 %) y se gotea una solución de 350 g de NaNO_2 en 500 cc de agua. Se sigue agitando durante 3 horas a 40°C, se calienta en seco bajo vacío y se trata térmicamente durante 1 hora a 150°C. A 100°C se separa por succión, se lava con nitrobenzeno, metanol y agua y se seca. Se obtienen 1,08 kg (92 % de la teoría), del pigmento mencionado en el ejemplo 12a.

Ejemplo 13

4,1 g de 2-nitroanilina en 90 g de dimetilformamida se diazotan a 5°C con 9 g de ácido nitrosilsulfúrico (al 42 % en ácido sulfúrico). Después se agrega una suspensión del producto obtenido según el ejemplo 1 en 20 g de dimetilformamida y después de agitar durante 2 horas a 5°C se separa por succión. Después de lavar con dimetilformamida y agua caliente, se seca. Se obtienen 13 g (96 % de la teoría) del pigmento amarillo de fórmula

10



Empleando los componentes diazóticos mencionados en la tabla a continuación en lugar de la 2-nitroanilina se obtienen según el procedimiento descrito en el ejemplo 13 correspondientes pigmentos azóticos de las tonalidades de color indicadas.

T A B L A 1

Ejemplos	Componentes diazónicos	Tonalidad de color
14	anilina	amarillo tirando a verde
15	2,4-dimetilanilina	amarillo tirando a verde
16	2-cloroanilina	amarillo
17	3-amino-4-clorobenzamida	amarillo
18	3-nitroanilina	amarillo tirando a verde
19	2-nitro-4-cloroanilina	amarillo
20	2-cloro-4-nitroanilina	amarillo
21	antranilamida	amarillo
22	3-trifluormetil-anilina	amarillo tirando a verde
23	2-trifluormetil-4-cloro-anilina	amarillo tirando a verde
24	2-metoxianilina	amarillo
25	4-metoxianilina	amarillo
26	4-aminobenzoato de metilo	amarillo
27	5-amino-isoftalato de dimetilo	amarillo tirando a verde
28	3,4-dicianilina	amarillo
29	4-metoxi-4'-aminodifenil-amina	amarillo tirando a rojo
30	4-aminoazobenceno	amarillo tirando a rojo
31	3,3'-dicloro-4,4'-di-aminobifenilo	amarillo
32	3,3'-dimetoxi-4,4'-di-aminobifenilo	rojo
33	4-(4-aminobenzoilamino)-anilina	amarillo

T A B L A 1 (continuación)

Ejemplos	Componentes diazóicos	Tonalidad de color
34	1-aminoantraquinona	naranja
35	2-aminoantraquinona	amarillo tirando a rojo
36	4-cloro-1-aminoantraquinona	naranja
37	2-metil-1-aminoantraquinona	naranja
38	4-metoxi-1-aminoantraquinona	rojo
39	2-carboxi-1-aminoantraquinona	naranja
40	2-aminotiazol	naranja
41	2-aminobenzotiazol	naranja

Otros pigmentos con las tonalidades de color indicadas en la siguiente tabla se obtienen según el procedimiento descrito en el ejemplo 13, si en lugar de 2-nitroanilina se emplean los componentes diazóicos indicados en la segunda columna y, en lugar del componente de copulación obtenido según el ejemplo 1, los componentes de copulación indicados en la tercera columna.

T A B L A 2

Ejemplo	Componente diazótico	Componente de copulación	Tonalidad de color
42	antranilamida	Ejemplo 2	amarillo
43	2-nitro-2-cloro-anilina	Ejemplo 2	amarillo
44	3-nitroanilina	Ejemplo 5	amarillo tirando a verde
44			
45	1-aminoantraquinona	Ejemplo 6	naranja
46	1-amino-5-nitro-antraquinona	Ejemplo 2	naranja
47	1-amino-4-cloro-antraquinona	Ejemplo 10	naranja
48	1-amino-5-benzoil-aminoantraquinona	Ejemplo 8	naranja
49	1-amino-4-metoxi-antraquinona	Ejemplo 8	rojo
50	2-aminobenzotiazol	Ejemplo 2	naranja

Ejemplo 51

- 5 a) 8 g del pigmento finamente repartido obtenido según el ejemplo 12 se frotran con una laca de cochuración de 25 g de resina alquíllica de aceite de coco (40 % de aceite de coco), 10 g de resina de melamina, 50 g de tolueno y 7 g de glicolmonometiléter en una máquina de frotamiento según Hoover-Muller automática. La mezcla se aplica sobre el sustrato a lacar, la laca se endurece por cochuración a 130°C y se obtienen lacados naranja con muy buena solidez al sobrelacado y excelentes solideces a la luz y a los agentes atmosféricos.

ricos.

Lacas de cochuración pigmentadas de iguales solideces se obtienen si se emplean 15 - 25 g de la resina alquídica indicada ó de una resina alquídica a base de aceite de semilla de algodón, aceite de ricineno, áceite de ricino ó ácidos grasos sintéticos y, en lugar de la cantidad de resina de melamina indicada 10 - 15 g de la resina de melamina mencionada ó de un producto de condensación de formaldehído con urea ó con benzoguanamina.

b) Introduciendo en lugar de la cantidad de pigmento indicada 1 hasta 10 g de una mezcla de dióxido de titanio (tipo rutilo) con el pigmento indicado en el ejemplo 51 a) en una proporción de 0,5 - 50:1 en la laca indicada en el ejemplo 51 a), se obtiene al seguir elaborando en igual forma unos lacados de iguales solideces con contenido en dióxido de titanio creciente desplazando la tonalidad de color naranja hacia blanco.

Ejemplo 52

En 100 g de una laca de nitrocelulosa, que se compone de 44 g de lana de colodio (de baja viscosidad, al 35 %, húmeda de butanol), 5 g de ftalato dibutílico, 40 g de acetato de etilo, 20 g de tolueno, 4 g de n-butanol y 10 g de glicolmonometiléter, se frotran con 6 g de pigmento finamente repartido según el ejemplo 12. Después de aplicar y secar se obtienen lacados de color naranja se excelente solidez a la luz y solidez al sobrelacado. Los mismos resultados se logran al emplear nitrolacas con 10 - 15 g de contenido de nitrocelulosa, 5 - 10 g de plastificante y 70 - 85 g de mezcla de disolventes, empleando preferentemente ésteres alifáticos, tales como acetato de etilo, acetato de butilo y aromatos, tales como tolueno y

xileno y proporciones inferiores de éteres alifáticos, tales como glicoléter y alcoholes tales como butanol. Bajo plastificantes se pueden entender, por ejemplo, ésteres del ácido ftálico, tales como ftalato dioctílico, ftalato dibutílico, ésteres del ácido fosfórico, el aceite de ricino solo ó en combinación con resinas alquídicas modificadas con aceite.

Lacados con propiedades de solidez similares se obtienen al emplear otras lacas de alcohol, de zapona ó de nitro, de secado físico, lacas combinadas de aceite, resina sintética y nitro de secado al aire, lacas de resina de epóxido de secado al horno y al aire, en caso dado en combinación con resinas de úrea, de melamina, de alquido ó fenol.

Ejemplo 53

5 g de un pigmento finamente repartido según el ejemplo 12 se frotan en 100 g de una resina de poliéster insaturada, secante, libre de parafina, en un molino de bolas de porcelana. Con el frotamiento se agitan bien 10 g de estireno, 59 % de resina de melamina-formaldehído y 1 g de una pasta de 40 g de peróxido de ciclohexanona y 60 % de ftalato dibutílico y finalmente se mezcla con 4 g de solución secante (naftenato de cobalto al 10 % en bencina de ensayo) y 1 g de solución de aceite de silicona (al 1 % en xileno). La mezcla se aplica sobre madera imprimada y se obtiene un lacado de color naranja, altamente brillante, sólido al agua y resistente a los agentes atmosféricos con excelente solidez a la luz.

Empleando en lugar de la laca de reacción a base de resinas de poliéster insaturadas, lacas de resina de epóxido endurecedoras por amina con dipropilendiamina como componente amino, se obtienen lacados de color naranja de excelente solidez a los agentes

atmosféricos y al florecimiento.

Ejemplo 54

5 100 g de una solución al 65 % de un poliéster ali-
fático con aproximadamente un 8 % de grupos hidroxilo libres en
glicolmonoetiléteracetato se frotran con 5 g del pigmento obtenido
según el ejemplo 12 y después se mezcla bien con 44 g de una solución
al 67 % del producto de reacción de 1 mol de trimetilolpropano con 3
10 moles de toluilen-diisocianato. Sin influenciar el tiempo de proce-
samiento se obtienen, después de la aplicación de la mezcla y reac-
ción de los componentes, unos lacados de poliuretano de color naran-
ja, de alto brillo, con excelente solidez al florecimiento, a la
luz y a los agentes atmosféricos.

15 Pigmentaciones de solideces similares se obtienen
al emplear otras lacas de dos componentes a base de isocianatos aro-
máticos ó alifáticos y poliéteres ó poliésteres conteniendo grupos
hidroxilo, así como con lacas de poliisocianato que dán lacados de
poliúrea de secado bajo humedad.

20

Ejemplo 55

5 g de una masa fina, obtenida por amasamiento de
50 g de pigmento obtenido según el ejemplo 12 con 15 g de un emul-
sionante arilpoliglicoléter y 35 g de agua se mezclan con 10 g de
25 espato pesado como material de carga, 10 g de dióxido de titanio
(tipo rutilo) como pigmento blanco y 40 g de un colorante de disper-
sión acuoso conteniendo aproximadamente un 50 % de acetato de poli-
vinilo. Se aplica la pintura y después de secar se obtienen pintados
30 de color naranja de muy buena solidez a la cal y al cemento, así como

excelente solidez a los agentes atmosféricos y a la luz. La masa fina obtenida por amasamiento es asimismo adecuada para la pigmentación de pinturas de dispersión de acetato de polivinilo claras, para pinturas de dispersión que contienen copolímeros de estireno y ácidos maléicos como aglutinantes, así como pinturas de dispersión a base de propionato de polivinilo, polimetacrilato ó estireno butadiénico.

Ejemplo 56

10 10 g de la masa de pigmento descrita en el ejemplo 55 se mezclan con una mezcla de 5 g de creta y 5 g de una solución de cola al 20 %. Se obtiene una pintura para aplicación sobre papeles de color naranja con la que se logran recubrimientos de excelente solidez a la luz. Para la preparación de la masa de pigmento se pueden emplear también otros emulsionantes no ionógenos, tales como los productos de reacción de nonilfenol con óxido etilénico ó agentes de reticulación ionógenos, tales como las sales sódicas de ácidos alquilarilsulfónicos, por ejemplo, de ácido dinaftilmetandisulfónico, sales sódicas de ésteres de ácido sulfograso sustituidos y sales sódicas de ácidos parafinsulfónicos en combinación con alquilpoliglicoléteres.

Ejemplo 57

25 Una mezcla de 65 g de cloruro polivinílico, 35 g de ftalato diisooctílico, 2 g de mercáptido de estaño dibutílico, 0,5 g de dióxido de titanio y 0,5 g del pigmento del ejemplo 12, se tratan en un laminador mezclador a 165°C. Se obtiene una masa intensamente teñida de color naranja que puede servir para la obtención de láminas ó de cuerpos conformados. El teñido se caracteriza por ex-

celentes solídeces a la luz y muy buena solidez a los plastificantes.

Ejemplo 58

5 0,2 g de pigmento según el ejemplo 12 se mezclan con
100 g de granulado de polietileno, polipropileno ó poliestireno. La
mezcla se puede inyectar bién directamente a 220 hasta 280°C en
una máquina de colada por inyección ó elaborar en una prensa extru-
sionadora a barras teñidas ó bién en un tren de laminación a pieles
10 teñidas. Las barras ó bién las pieles son en caso dado granuldas
y se inyectan en una máquina de colada por inyección.

Las piezas conformadas de color naranja tienen muy
buenas solídeces a la luz y a la migración. En forma similar se
pueden teñir a 280 - 300°C, en caso dado bajo atmósfera de nitrógeno,
15 poliamidas sintéticas de caprolactama ó ácido adípico y hexameten-
diamina ó los condensados de ácido tereftálico y etilenglicol.

Ejemplo 59

20 1 g de pigmento según el ejemplo 12, 10 g de dióxido
de titanio (tipo rutilo) y 100 g de un copolímero presente en forma
pulverulenta a base de acrilonitrilo-butadieno-estireno se mezclan
y se tiñen en un tren de laminación a 140 - 180°C. Se obtiene una
piel de color naranja que se granula y se inyecta en una máquina de
25 colada por inyección a 200 - 250°C. Se obtienen piezas conformadas
de color naranja con muy buena solidez a la luz y a la migración así
como excelente estabilidad al calor.

En forma similar, pero a temperaturas de 180 - 220°C
y sin la adición de dióxido de titanio se tiñen materiales sintéticos
30 a base de acetato de celulosa, butirato de celulosa y sus mezclas

poseyendo solidez similares.

Ejemplo 60

5 0,2 g de pigmento según el ejemplo 12 se mezclan en
forma finamente repartida con 100 g de un material sintético a base
de policarbonato en una extrusionadora ó en un tornillo sinfin ama-
sador a 250 - 280°C y se elabora a un granulado. Se obtiene un gra-
10 nulado transparente, de color naranja, de excelente solidez a la
luz y estabilidad al calor.

Ejemplo 61

15 90 g de un polipropilenglicol ligeramente ramificado
con un peso molecular de 2500 y un índice hidroxilo de 56, 0,25 g
de endoetilenpiperazina, 0,3 g de octoato de estaño-(II), 1,0 g
de un polietersiloxano, 3,5 g de agua, 12,0 g de un frotamiento de
10 g de pigmento según el ejemplo 12 en 50 g de polipropilenglicol
indicado, se mezclan bien entre sí y a continuación se mezcla inti-
20 mamente con 45 g de toluilendiisocianato (80 % de 2,4 - y 20 % de
2,6-isómero) y se cuele en un molde. La mezcla enturbia después de
6 segundos y se efectua la formación del material espumado. Después
de 70 segundos se ha formado un material espumado de poliuretano
blando, intensamente de color naranja, cuya pigmentación muestra una
25 excelente solidez a la luz.

Ejemplo 62

30 90 g de un poliéster ligeramente ramificado de ácido
adípico, dietilenglicol y trimetilolpropano, con un peso molecular

de 2000 y un índice hidroxilo de 60, se mezclan con los siguientes componentes: 1,2 g de dimetilbencilamina, 2,5 g de sulfato de aceite de ricino sódico, 2,0 g de un oxidifenilo bencilado, oxietilado, 1,75 g de agua, 12 g de una pasta obtenida por frotamiento de 10 g del pigmento según el ejemplo 12 en 50 g del poliéster arriba indicado. Después de la mezcla se introducen bajo agitación 40 g de toluilendiisocianato (65 % de 2,4- y 35 % de 2,6-isómero) y la mezcla se introduce en un molde y se espuma. Después de 60 segundos se ha formado un material espumado de poliuretano blando, teñido de color naranja, cuyo teñido se destaca por sus solideces a la luz muy buenas.

Ejemplo 63

Con una tinta de impresión, obtenida por frotamiento de 35 g de pigmento según el ejemplo 12 y 65 g de aceite de linaza y adición de 1 g de secante (Co-naftenato, al 50 % en bencina de ensayo) se obtienen impresiones Offset de color naranja de alto brillo e intensidad de color y muy buenas solideces a la luz y al lacado. Empleando ésta tinta de impresión para la impresión de libros, de luz, de piedra y de acero, se obtienen impresiones de color naranja de solideces similares. Empleando el pigmento para el teñido de tintas de embutición para la estampación de chapas ó de tintas de impresión de baja viscosidad se obtienen impresiones de color naranja de solideces similares.

Ejemplo 64

De 10 g de la masa fina de pigmento indicada en el ejemplo 55, 100 g de traganta al 3 %, 100 g de una solución al 50 % de albúmina de huevo y 25 g de un agente de humectación ionógeno se

prepara una pasta de estampación. Se estampa tejido de fibras textiles, se vaporiza a 100°C y se obtiene una estampación de color naranja que se destaca por excelentes solideces, especialmente solidez a la luz. En el preparado para la estampación se pueden emplear en lugar de la traganta y de la albúmina de huevo otros aglutinantes utilizables para la fijación sobre la fibra, por ejemplo, aquellos a base de resina sintética, Britishgum ó glicolato de celulosa.

Ejemplo 65

Una mezcla de 100 g de crepé claro, 2,6 g de azufre, 1 g de ácido estearínico, 1 g de mercaptobenzotiazol, 0,2 g de hexametilentetramina, 5 g de óxido de cinc, 60 g de creta y 2 g de dióxido de titanio (tipo anatas) se tiñe en un tren de cilindros mezcladores a 50°C con 2 g del pigmento obtenido según el ejemplo 12 y después se vulcaniza durante 12 minutos a 140°C. Se obtiene un vulcanizado teñido de color naranja de muy buena solidez a la luz.

Ejemplo 66

100 g de una pasta acuosa al 20 % del pigmento según el ejemplo 12, obtenida, por ejemplo, por disolución del colorante en ácido sulfúrico al 96 %, aplicación sobre hielo, filtración y lavado neutro con agua, se adicionan en el mecanismo agitador a 22,5 litros de una solución de viscosa acuosa, aproximadamente al 9 %. La masa teñida se agita durante 15 minutos, a continuación se ventila y se somete a un proceso de hilado y de sulfuración. Se obtienen hilos ó láminas teñidas de color naranja de muy buenas solideces a la luz.

Ejemplo 67

10 kg de una masa de papel, conteniendo por 100 g
4 g de celulosa, se tratan en la calandra durante unas 2 horas. Du-
5 rante éste tiempo se agregan en periodos de cada vez 15 minutos 4 g
de cola de resina, después 30 g de una dispersión de pigmento apro-
ximadamente al 15 %, obtenida por molturación de 4,8 g del pigmento
obtenido según el ejemplo 12 con 4,8 g de ácido dinaftilmetandisulfó-
nico y 22 g de agua en el molino de bolas y después 5 g de sulfato
10 de aluminio.

Después de terminar en la máquina de fabricación de
papel se obtiene un papel teñido de color naranja con excelente solidez
a la luz.

15 Ejemplo 68

Papel pigmentado de color naranja obtenido según el
ejemplo 67 se impregna con una solución al 55 % de una resina de
úrea-formaldehído en n-butanol y se cochura a 140°C. Se obtiene un
20 papel laminado teñido de color naranja con muy buena solidez a la
migración y excelente solidez a la luz.

Un papel laminado de iguales solideces se obtiene
por laminación de un papel que se imprimió por el procedimiento de
embutición con una tinta de impresión que contenía como indicado en
25 el ejemplo 55 una masa fina de pigmento de color naranja y agluti-
nante hidrosoluble ó bien saponificable.

Ejemplo 69

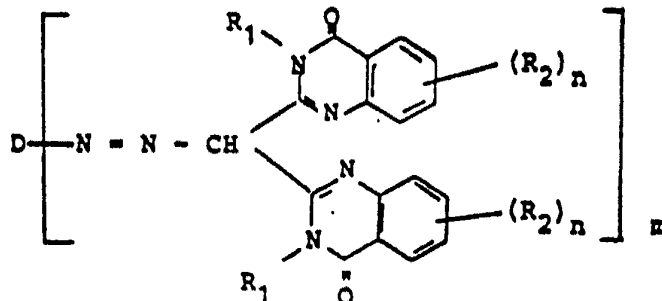
20 partes del pigmento obtenido según el ejemplo 12 e) se dispersan previamente en 50 partes de dimetilformamida en un dispositivo disolvedor y en caso dado se somete bajo adición de un agente auxiliar de dispersión y de 50 partes de una solución al 10 % de poliacrilonitrilo en dimetilformamida a una molturación en un molino de perlas. La masa de pigmento se agrega, después de separar las partículas bastas restantes, según procedimientos conocidos, proporcionalmente a una solución de hilado de poliacrilonitrilo, se homogeniza y, según los procedimientos de hilado en seco ó en húmedo conocidos en la industria se hila a hilos.

Los teñidos obtenidos de ésta manera muestran un brillo muy bueno, buenas solídeces al frote, a la migración, al calor, a la luz y a los agentes atmosféricos.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, deba hacerse constar, que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental.

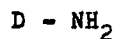
Reivindicaciones

1. Procedimiento para la obtención de pigmentos azoicos de fórmula

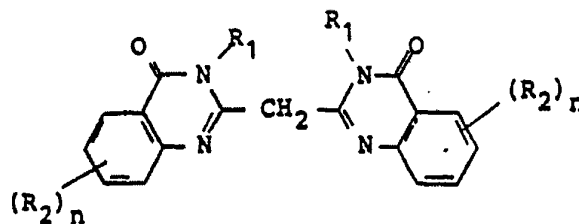


5 donde R_1 significa hidrógeno, C_1-C_4 -alquilo o ambos juntos representan CO , R_2 es un sustituyente y n representa 0, 1, 2, 3 ó 4, D significa el resto de una amina aromática o heteroaromática, libre de grupos ácido sulfónico, m representa un número entero, preferentemente 1 ó 2, caracterizado porque aminas diazotadas de fórmula

10



donde D tiene el significado arriba indicado se copula con compuestos heterocíclicos de fórmula



15

donde R_1 , R_2 y n tienen los significados arriba indicados, empleándose los componentes de reacción en forma de sus sales con ácidos orgánicos.

2. Procedimiento para la obtención de pigmentos azoicos tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 34 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

1^o ABR. 1979

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. M. GOMEZ ACEBO Y PASCUAL
D. P.

