[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl[7]
C09B 67/22
C09B 67/48

[12]发明专利说明书

[21] ZL 专利号 95117786.9

[45]授权公告日 2001 年 6 月 6 日

[11]授权公告号 CN 1066767C

[22]申请日 1995.9.27 [24]颁证日 2001.2.3
[21]申请号 95117786.9
[30]优先权
[32]1994.9.28 [33]CH [31]2936/1994
[73]专利权人 西巴特殊化学品控股有限公司
地址 瑞士巴塞尔
[72]发明人 Z·M·郝 A·伊巴尔
B·梅丁格 O·瓦奎斯特
[56]参考文献
US4783540 1988.11.8 C09B67/22
审查员 王守彦

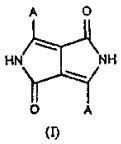
[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 姜建成

权利要求书 7 页 说明书 39 页 附图页数 0 页

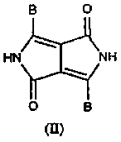
[54]发明名称 1,4-二酮基吡咯并吡咯类的混合晶体和固体溶液

[57]摘要

本发明涉及 1,4-二酮基吡咯并[3,4-C]吡咯类的混合晶体,它由两种结构式为 I 和 II 的不同化合物各 1 摩尔,以及式 I 和 II 的两种不同化合物的单相固体溶液所组成,其中具有较小几何结构的二酮基吡咯并吡咯的量为 53—70 摩尔%。A 和 B 的定义如说明书中所述。令人惊奇的是,新颖的混合晶体与对应的不对称二酮基吡咯并吡咯类晶体是同晶型的。新的混合晶体以及新的固体溶液极佳地适用于高分子量有机原料的着色。



(I)

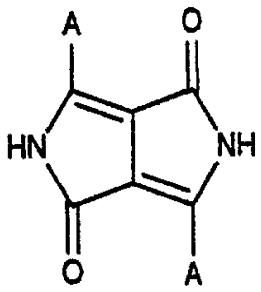


(II)

ISSN1008-4274

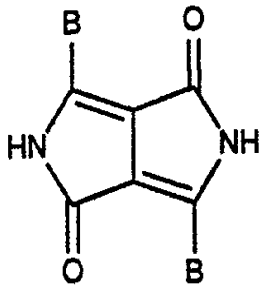
权 利 要 求 书

1. 1,4－二酮基吡咯并[3,4-c]吡咯类的混合晶体，它包含摩尔比为1:1的结构式（I）和（II）的两种不同的化合物，



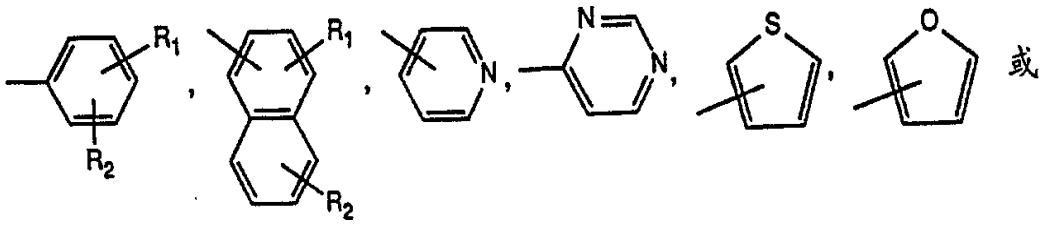
(I)

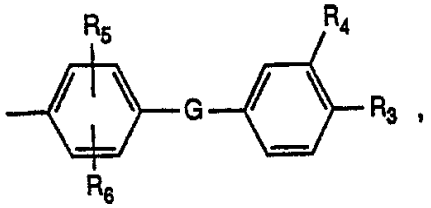
和



(II)，

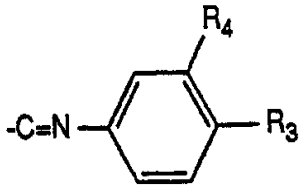
其中A和B必须不同，A、B各是下面各式的基团





式中R_1和R_2是不受其它制约的氢、卤素、C_1-C_{18}烷基、C_1-C_{18}烷氧基、C_1-C_{18}烷基巯基、C_1-C_{18}烷基氨基、C_1-C_{18}烷氧基羰基、C_1-C_{18}烷基氨基羰基、－CN、$-NO_2$、三氟甲基、C_5-C_6环烷基、－C＝N－

00.05.24

（C_1－C_{18}烷基）、、咪唑基、吡唑基、三唑基、哌嗪基、吡咯基、噁唑基、苯并噁唑基、苯并噻唑基、苯并咪唑基、吗啉基、哌啶基或吡咯烷基，

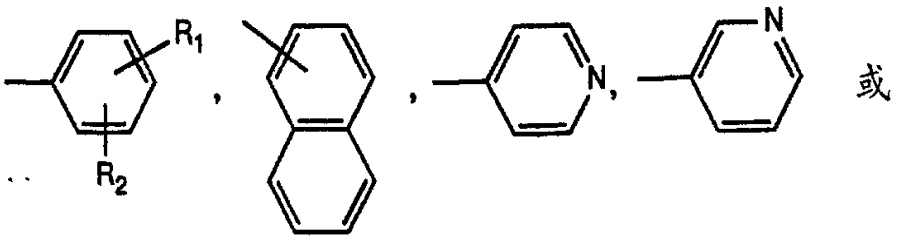
G是－CH_2－、－CH（CH_3）－、－C（CH_3）$_2$－、－CH＝N、－N＝N－、－O－、－S－、－SO－、－SO_2、－CONH－或－NR_7－，

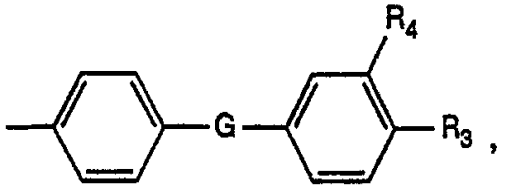
R_3和R_4是不受其它制约的氢、卤素、C_1－C_6烷基、C_1－C_{18}烷氧基或－CN，

R_5或R_6是不受其它制约的氢、卤素或C_1－C_6烷基，和

R_7是氢或C_1－C_6烷基。

2. 按照权利要求1的混合晶体，其中在式I和II中的A和B是下面各式的基团


或



式中R_1和R_2是不受其它制约的氢、氯、溴、C_1－C_4烷基、C_1－C_6烷氧基、C_1－C_6烷基氨基或CN，

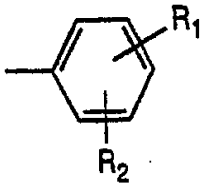
G是－O－、－NR_7－、－N＝N－或－SO_2－，

00.05.24

R_3和R_4是氢、和

R_7是氢、甲基或乙基。

3. 按照权利要求2的混合晶体，其中在式I和II中的A和B各是下面各式的基团



式中R_1和R_2是不受其它制约的氢、甲基、叔丁基、氯、溴或CN。

4. 按照权利要求3的混合晶体，其中R_2是氢。

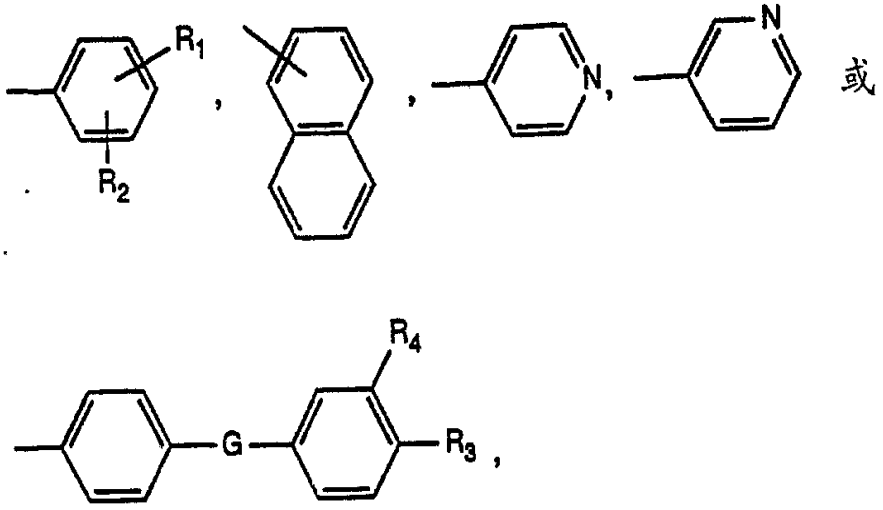
5. 按照权利要求1的混合晶体，在晶体中还以固体溶液形式含有过量的式（I）或（II）的1,4-二酮基吡咯并[3,4-c]吡咯类，并且其中具有较小几何结构的式（I）或（II）的1,4-二酮基吡咯并[3,4-c]吡咯类的总量为50－70摩尔%。

6. 按照权利要求5的混合晶体，其中以固体溶液形式过量存在于混合晶体中的、具有较小几何结构的式（I）或（II）的1,4-二酮基吡咯并[3,4-c]吡咯类的总量为55－60摩尔%。

7. 1,4-二酮基吡咯并[3,4-c]吡咯类的固体溶液，包括权利要求1的混合晶体和更多的具有较小几何结构的式（I）或（II）的1,4-二酮基吡咯并[3,4-c]吡咯类，其前提是具有较小几何结构的式（I）或（II）的1,4-二酮基吡咯并[3,4-c]吡咯类的总量为50－70摩尔%，并且所述更多的具有较小几何结构的式（I）或（II）的1,4-二酮基吡咯并[3,4-c]吡咯类寄宿于混合晶体的晶格中形成固体溶液，其中式（I）和（II）的定义如权利要求1所述。

8. 按照权利要求7的固体溶液，其中具有较小几何结构的式（I）或（II）的1,4-二酮基吡咯并[3,4-c]吡咯类的总量为55－60摩尔%。

9. 按照权利要求7或8的固体溶液，其中在式I和II中的A和B各是下式的基团



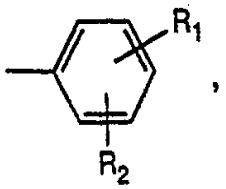
式中R_1和R_2是不受其它制约的氢、氯、溴、C_1-C_4烷基、C_1-C_6烷氧基、$-C_1-C_6$烷基氨基或CN，

G是-O-、$-NR_7-$、N=N-或$-SO_2-$，

R_3和R_4是氢，和

R_7是氢、甲基或乙基。

10. 按照权利要求9的固体溶液，其中在式I和II中的A和B各自是下式的基团



其中R_1和R_2是不受其它制约的氢、甲基、叔丁基、氯、溴或CN。

11. 制备权利要求1的混合晶体的方法，它包括使式I和II的化

合物通过已知的方法在碱催化剂存在下，以1:2的摩尔比在非质子传递溶剂中，与式Ⅲ的重碳酸酯

$$D-O-D \qquad (Ⅲ)$$

或式IV的三卤化乙酸酯

$$(R_8)_3C-D \qquad (IV)$$

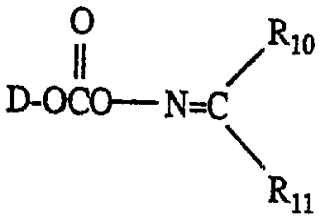
或式V的叠氮化物

$$DN_3 \qquad (V)$$

或式VI的碳酸酯

$$D-OR_9 \qquad (VI)$$

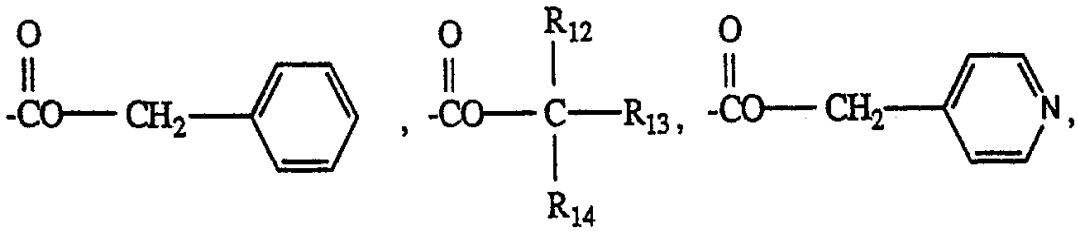
或式VII的亚烷基－亚氨氧甲酸酯反应，

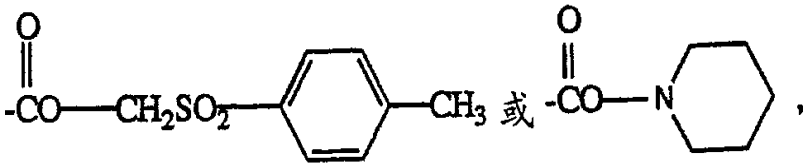


（VII）

式中D是下列各式的基团

00.05.24





R_8是氯、氟或溴，

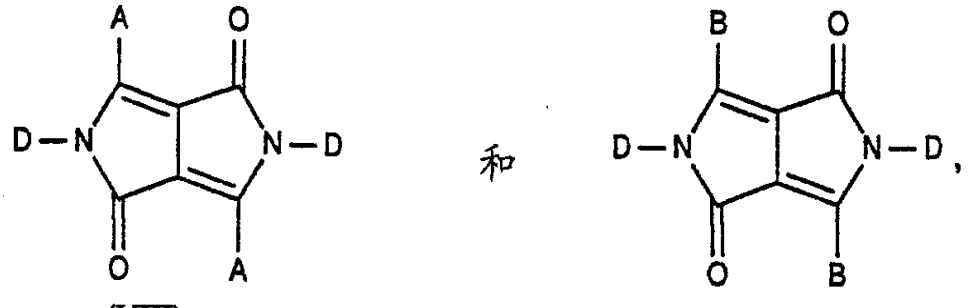
R_9是C_1－C_4烷基、未取代的苯基或被卤素，C_1－C_4烷基，C_1－C_4烷氧基或－CN取代的苯基，

R_{10}是－CN或－$COOR_9$，和

R_{11}是未取代的苯基或被卤素、C_1－C_4烷基、C_1－C_4烷氧基或－CN取代的苯基，

R_{12}、R_{13}和R_{14}是不受其它制约的氢、C_1－C_6烷基或C_2－C_5链烯基，和R_{12}、R_{13}和R_{14}中至少两个必须是烷基或链烯基，

生成可溶的式VIII和IX化合物



(VIII)　和　(IX)，

00.05.24

这些化合物可以是

a) 用通常已知的方法以 1:1 的摩尔比均匀混合所得的粉末，或者是

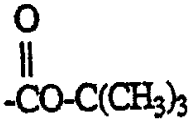
b) 用通常已知的方法以 1:1 的摩尔比均匀混合的粉末，并把混合物溶解在溶剂中，或者是

c) 首先溶解，然后以 1:1 的比例在溶液中混和，

接着，

-通过热、光分解或化学处理，从干的和已溶解的混合物中沉淀出所希望的混合晶体。

12. 按照权利要求 11 的方法，其中在式 III - VII 中 D 是下式的基团



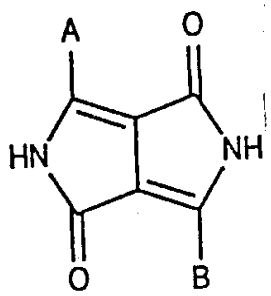
.

说　明　书

1,4- 二酮基吡咯并吡咯类的混合晶体和固体溶液

本发明涉及两种不同的对称1,4-二酮基吡咯并吡咯类的新颖单相混合晶体和固体溶液及它们作为颜料的用途。

1,4-二酮基吡咯并吡咯类也包括不对称的1,4-二酮基吡咯并吡咯类，即

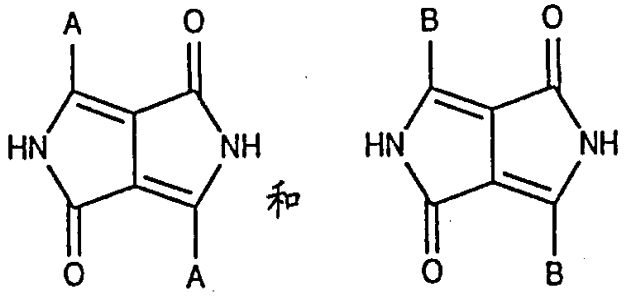


特别在美国专利US 4579949中，公开了它们的制备及其作为染料的用途。US 4778899中公开了制备纯的不对称1,4-二酮基吡咯并吡咯类的方法。该方法由通过特殊的氨基酯或吡咯烷酮的阶段进行的复杂的合成作用所构成。

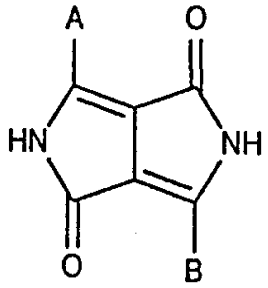
美国专利US 4783540进一步公开了通过混合两种不同的1,4-二酮基吡咯并吡咯类，优选比例65-90:10-35重量百分比，接着进行处理如捏和，研磨或沉淀，以获得固体溶液。这些固体溶液通过它们的X-射线衍射图予以表征。固体溶液的X-射线衍射图不同于各单个组

分的X-射线衍射图的叠加。然而，我们已经发现所有的实施例子的产品均是多相固体溶液，即对应的X- 射线衍射照片除显示固体溶液的新谱线外，还显示一个和/或其它单个组分的谱线。

人们已经发现，用上述方法处理过的两种不同的对称1,4- 二酮基吡咯并吡咯类



1:1摩尔比的混合物，形成了新颖混合晶体，令人惊异的是，此混合晶体与对应的不对称1,4-二酮基吡咯并吡咯类晶体

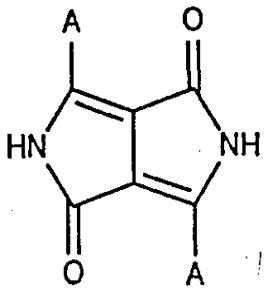


是同晶型的。

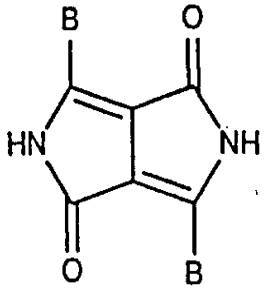
这些产品是单相的产品，它们的X- 射线衍射光谱不同于混合晶体的单个组分的，也不同于它们的物理混合物的。然而，混合晶体的X-射线衍射光谱和不对称的单个组分的X-射线衍射光谱是相同的。

因此，本发明涉及1,4-二酮基吡咯并[3,4-c]吡咯类的混合晶体

它们由两种结构式为

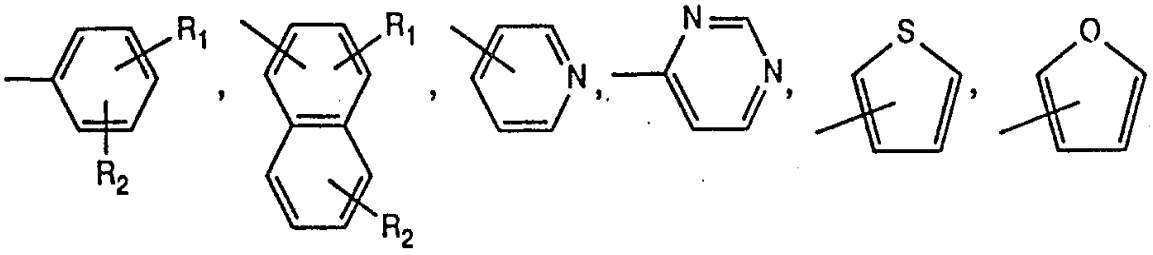


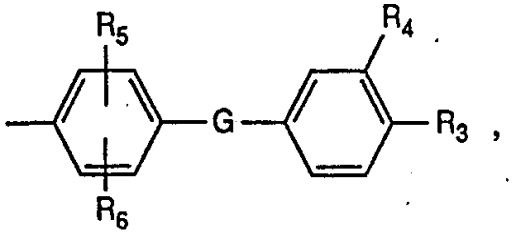
和



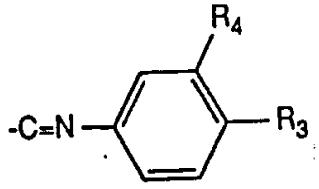
(I)　　(II),

不同的化合物组成，其摩尔比为1:1，式中A和B必须不同，A、B每一种是下面通式的基团





式中R_1和R_2是不受其它制约的氢，卤素，C_1-C_{18}烷基，C_1-C_{18}烷氧基，C_1-C_{18}烷基巯基，C_1-C_{18}烷基氨基，C_1-C_{18}烷氧基羰基，C_1-C_{18}烷基氨基羰基，-CN，NO_2，三氟甲基，C_5-C_6环烷基，-C=N-(C_1-C_{18}烷基)，



，咪唑基，吡唑基，三唑基，哌嗪基，吡咯基，恶唑

基，苯并噁唑基，苯并噻唑基，苯并咪唑基，吗啉基，哌啶基或吡咯烷基，

G是-CH_2-，-$CH(CH_3)$-，-$C(CH_3)2$-，-CH=N-，-N=N-，-O-，-S-，-SO-，-SO_2-，-CONH-或-NR_7-

R_3和$_4$是不受其它制约的氢，卤素，C_1-C_6烷基，C_1-C_{18}烷氧基，或- CN，R_5和R_6是不受其它制约的氢，卤素或C_1-C_6烷基，而R_7是氢或C_1-C_6烷基。

被定义为卤素的取代基典型的为碘，氟，优选为溴，最优选的为氯；

C_1-C_6烷基典型的是甲基，乙基，正-丙基，异丙基，正-丁基，仲-丁基，叔-丁基，正-戊基，叔-戊基，己基，而C_1-C_{18}烷基除典型的庚基，还有辛基，2-乙基己基，壬基，癸基，十二烷基，十四烷基，十六烷基或十八烷基。

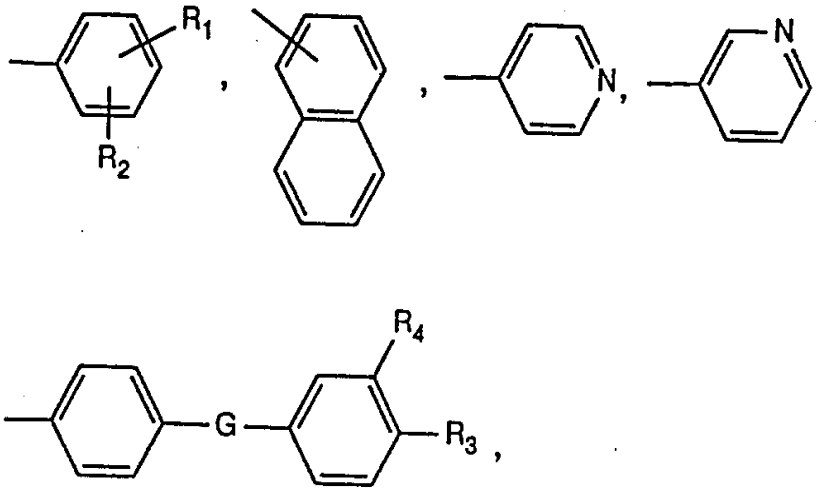
C_1-C18烷氧基(也包括C_1-C_{18}烷氧基羰基中的)，典型的有甲氧基，乙氧基，正-丙氧基，异丙氧基，丁氧基，己氧基，癸氧基，十二烷氧基，十六烷氧基或十八烷氧基。

C_1-C_{18}烷基巯基例如是甲基巯基，乙基巯基，丙基巯基，丁基巯基，辛基巯基，癸基巯基，十六烷基巯基或十八烷基巯基。

C_1-C_{18}烷基氨基(也包括C_1-C_{18}烷氨基羰基中的)，典型的有甲基氨基，乙基氨基，丙基氨基，己基氨基，癸基氨基，十六烷基氨基或十八烷基氨基。

C_5-C_6环烷基典型的是环戊基，优选环己基。

具有特别兴趣的是那些新的混合晶体，其中在式I和II的A和B各是下列结构式的基团

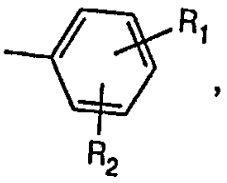


式中R_1和R_2是不受其它制约的氢，氯，溴，C_1-C_4烷基，C_1-C_6烷氧基，C_1-C_6烷基氨基或CN。

C是-O-，$-NR_7$-，-N=N-或$-SO_2$-，

R_3和R_4是氢，而R_7是氢，甲基或乙基，

而更特殊的是那些混合晶体，其中在式I和II中的A和B各自是下列结构式的基团



式中R_1和R_2是不受其它制约的氢，甲基，叔丁基，氯，溴或CN。R_2优选是氢。

通常按照下述已知的方法，可从物理混和上述定义的式I和II的

组分而开始制备新的混合晶体：

-接触极性有机溶剂，优选在回流温度下搅拌组分混合物，

-在极性有机溶剂中使组分混和物碱性沉淀，或在碱金属醇化物，碱金属氢氧化物或季铵化合物存在下，在极性有机溶剂中搅拌组分混和物，或

-酸性沉淀，即通过在酸中溶解组分混和物和用水稀释以沉淀固体溶液，

此制法通常按照特别是在美国专利US 4783540中详细公开的方法而进行。

新的制备方法是，式I和II的化合物用已知的方法在碱性催化剂存在下，在非质子传递溶剂中以 1:2 的摩尔比，与式 III 的重碳酸酯

$$D\text{-}O\text{-}D \quad (III)$$

或式IV的三卤化乙酸酯

$$(R_8)_3C\text{-}D \quad (IV)$$

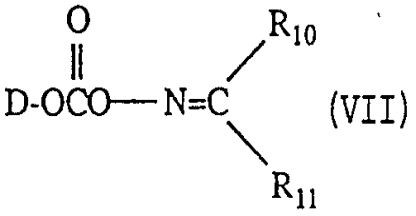
或式V的叠氮化物

DN_3 (V)

或式VI的碳酸酯

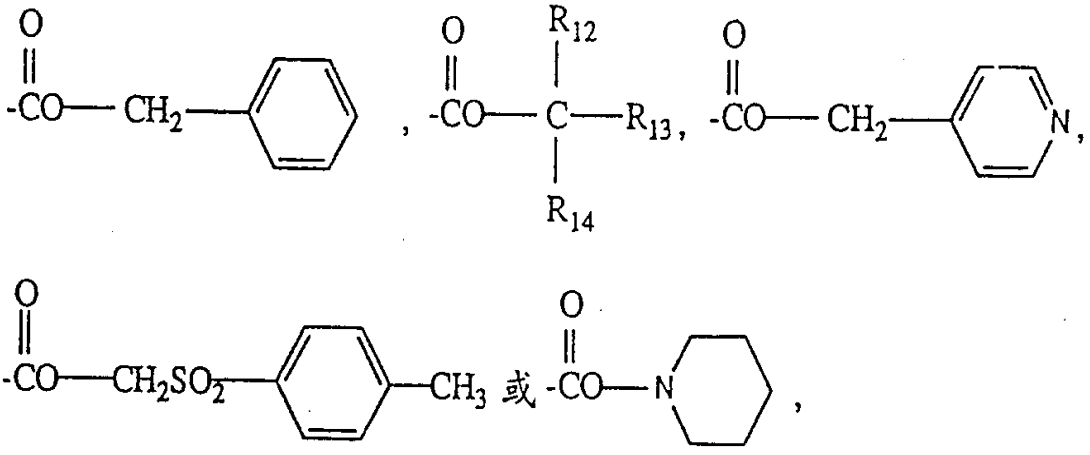
$D\text{-}OR_9$ (VI)

或式VII的亚烷基-亚氨氧基甲酸酯反应



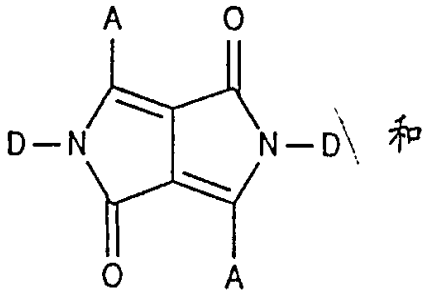
(VII)

式中D是下列各式的基团

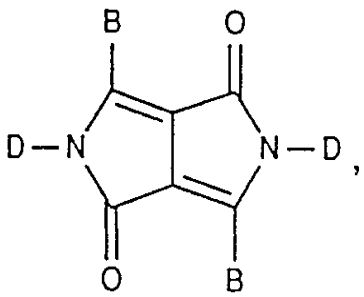


R_8是氯，氟或溴，R_9是C_1-C_4烷基，未取代的或被卤素，C_1-C_4烷基，C_1-C_4烷氧基或-CN-取代的苯基，R_{10}是-CN或-$COOR_9$，和R_{11}是未取代的或被卤素，C_1-C_4烷基，C_1-C_4烷氧基或-CN-取代的苯基，R_{12}，R_{13}和R_{14}是不受其它制约的氢，C_1-C_6烷基或C_2-C_5链烯基，和R_{12}，R_{13}和R_{14}中至少两个必须是烷基或链烯基。

生成可溶的式VIII和IX的化合物



和



(VIII) (IX),

这些化合物可以是

a) 用通常已知的方法以1:1的摩比均匀混合所得的粉末，或者是

b) 用通常已知的方法以1:1的摩比均匀混合的粉末，并把混合物溶解在溶剂中，或者是

c)首先溶解，然后以1:1的混合物比例在溶液中混和，

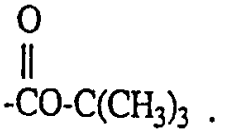
接着

-通过热，光分解或化学处理，从干的或已溶解的混合物中沉淀出所希望的混合晶体。

定义为C_2-C_5链烷基的R_{12}，R_{13}和R_{14}典型的是乙烯基，烯丙基，甲代烯丙基，正-丁-2-烯基，2-甲基-丙-2-烯基或正-戊-2-烯基。

R_{12}和R_{14}优选为甲基，而R_{13}是C_1-C_6烷基，优选甲基。

D优选为下式基团



式I和II的化合物优选与式III的重碳酸酯反应。

式III的重碳酸酯，式IV的三卤化乙酸酯，式V的叠氮化物，式VI的碳酸酯和式VII的亚烷基-亚氨氧甲酸酯是已知的物质。但是，任何新的物质通常可按照已知的方法来制备。

适用的非质子传递有机溶剂典型的是醚类，如四氢呋喃或二噁烷，或1,2-乙二醇醚类如乙二醇甲醚，乙二醇乙醚，二乙二醇单甲醚或二乙二醇单乙醚，和两极的非质子传递溶剂,典型的有乙腈,苄腈,N,N-二甲基甲酰胺,N,N-二甲基乙酰胺，硝基苯,N-甲基吡咯烷酮，卤化的脂肪烃类或芳香烃类，如三氯乙烷，苯，或烷基-、烷氧基或卤素取代的苯，如甲苯，二甲苯，苯甲醚或氯代苯，或芳香的N-杂环类，如吡啶，甲基吡啶或喹啉。优选的溶剂典型的是四氢呋喃,N,N-二甲基甲酰胺,N-甲基吡咯烷酮。所指明的溶剂也可以混和使用。 最好是每一重量份反应剂用5-20重量份的溶剂。

适于用作催化剂的碱类典型的是碱金属本身，如锂、钠或钾以及它们的氢氧化物和碳酸盐，或氨基碱金属，如氨基化锂，氨基化钠，或氨基化钾，或碱金属氢化物如氢化锂，氢化钠，或氢化钾，或从含有1-10个碳原子的伯，仲，叔脂肪醇衍生的碱土金属醇化物或碱金属醇化物，典型的是甲醇锂，甲醇钠，甲醇钾，乙醇锂，乙醇钠，乙醇钾，正

丙醇锂，正丙醇钠，正丙醇钾，异丙醇锂，异丙醇钠，异丙醇钾，正丁醇锂，正丁醇钠，正丁醇钾，仲丁醇锂，钟丁醇钠，仲丁醇钾，叔丁醇锂，叔丁醇钠，叔丁醇钾，2-甲基-2-丁醇锂，2-甲基-2-丁醇钠，2-甲基-2丁醇钾，2-甲基-2-戊醇锂，2-甲基-2-戊醇钠，2-甲基-2-戊醇钾，3-甲基-3-戊醇锂，3-甲基-3-戊醇钠，3-甲基-3-戊醇钾，3-乙基-3-戊醇锂，3-乙基-3-戊醇钠，3-乙基-3-戊醇钾，和有机脂肪族的，芳香族的或杂环的N-碱类，包括例如二氮杂二环辛烯，二氮杂二环十一碳烯和4-二甲基氨基吡啶，和三烷基胺类如三甲基胺或三乙基胺。也可以使用这些碱的混和物。

有机N-碱类是优选的，典型的是二氮杂双环辛烯，二氮杂二环十一碳烯，优选的是4－二甲基氨基吡啶。

在一定大气压下，温度10-100℃，优选14-40℃，方便地进行此反应。

式I和II 的化合物既可用已知的方法按所希望的比例以粉末的形式混合，然后将混合物溶在溶剂中，也可先各自溶解在溶剂中，然后按所希望的比例混和各自溶液。

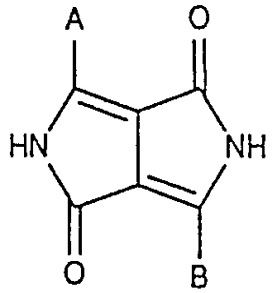
可以方便地使用下列溶剂：醚类如四氢呋喃或二噁烷，或1，2-乙二醇醚类如乙二醇甲醚，乙二醇乙醚，二乙二醇单甲醚或二乙二醇单乙醚，多醇类如聚乙二醇，酮类如丙酮，甲乙酮，甲基异丁酮或环己酮；以及两极的非质子传递溶剂，典型的包括乙腈，苄腈，N，N-二甲基甲酰胺，N，N-二甲基乙酰胺，硝基苯，N-甲基吡咯烷酮，二甲基亚砜，卤化的脂肪烃或芳香烃，如三氯乙烷，二氯甲烷，氯仿，苯，或烷基-，烷氧基-或卤素取代的苯，典型的是甲苯，二甲苯，苯甲醚或氯苯，芳香的N-杂环类，如吡啶，甲基吡啶或喹啉，或高沸点溶剂如，萘烷，正-十

二烷或煤油，或它们的混合物。优选的溶剂典型的是甲苯，二苯基醚，N-甲基吡咯烷酮，N,N-二甲基甲酰胺，二甲基亚砜和喹啉。

随着溶剂不同，式I和II的化合物在溶剂或溶剂系统中的浓度可有很大变化。以整个溶液计，式I和II的化合物的适宜用量为 0.1-20%(重量)，优选0.2-5%(重量)。

可以最简单的可能的方式从干的或已溶的混和物获得含有式I和II的化合物的混合晶体，或者把干的或已溶的式VIII和IX 的化合物的混合物，经a)热处理，即加热温度50-400℃，优选100-200℃，或用激光辐射，b)经光解处理，即用波长短于375nm的光进行辐射，或c)经化学处理，即用有机或无机酸，如乙酸，甲苯磺酸，三氟乙酸，盐酸或硫酸进行处理，并通过常规方法分离所获得的产品。

已经提到，新的混合晶体的X-射线衍射图的特征，在于其谱线不同于对应的物理混和物和对应的单个组分的X-射线衍射图的谱线，但是与下式的不对称二酮基吡咯并吡咯的谱线是基本上相同的



但是，已意外地发现，与预测的相反，当使用具有较小的几何结构的 1,4-二酮基吡咯并吡咯较少过量时，较大的组分会形成晶格(基质晶格)，其中较小的组分则以客体进行寄宿，首先形成的正是上面所述的1:1摩尔的混合晶体，在其中，过量物被寄宿，形成固体溶液。因

此，如此获得单相固体溶液具有与1:1摩尔混合晶体相同的晶格，对应的X-射线衍射图实际上相同。

较小的几何结构的1,4-二酮基吡咯并吡咯将被理解为具有较小分子尺寸(较小的位阻)的有意义的化合物,即需要较小的空间。基于A和B的含义是:

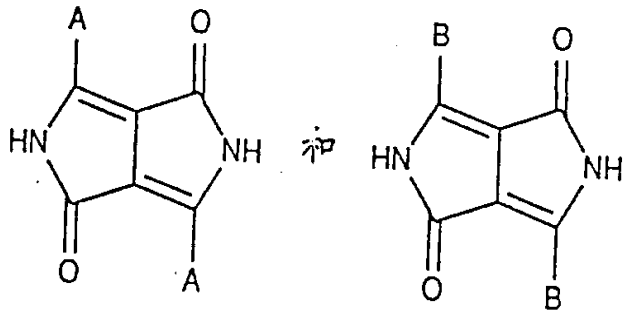
未被取代的苯基,<被取代的苯基;

对-甲基苯基　　<对-叔丁基苯基;

氯基苯基　　<氯代苯基;等。

这类固体溶液的形成使在色调方面获得非常有意义和有用变化而不影响良好颜料性能成为可能。

因此,本发明也涉及1,4-二酮基吡咯并[3,4-c]吡咯类的单相固体溶液,它包含两种具有上述所表明的意义的结构式为



(I)　　(II)

的不同的化合物,

其前提是,含有具有较小几何结构的1,4-二酮基吡咯并[3,4-c]吡咯,数量为50-70mol%, 优选为55-60mol%。

这里,取代基A和B也具有上述为1:1摩尔混合晶体所指出的优选意义。

除了两种化合物的要求量之外,严格按照与用于获得新颖1:1摩

尔混合晶体相同的方法制备新颖固体溶液。

用对颜料的常规的方法进行再结晶或热处理。通常的方法是在水或有机溶剂中进行热后处理,如果需要可在一定的压力下进行。优选使用有机溶剂,典型的是被卤原子,烷基或硝基取代的苯类,如二甲苯,氯代苯,邻-二氯代苯或硝基苯,以及吡啶碱类,典型的是吡啶,甲基吡啶或喹啉,和酮类如环己酮,醇类如异丙醇,丁醇或戊醇,醚类如乙二醇单甲醚或乙二醇单乙醚,酰胺类如二甲基甲酰胺或N-甲基吡咯烷酮,以及二甲基亚砜或四氢噻吩砜。可在有机溶剂存在下和/或加有表面活性剂下,在水中在常压或加压下进行后处理。

新的混合晶体以及新颖固体溶液可被用作使高分子量有机物料着色的颜料。

能被新颖混合晶体以及新颖固体溶液着色的高分子量有机物料的例子是纤维素醚类或酯类,典型的是乙基纤维素,硝基纤维素,乙酸纤维素,丁酸纤维素,天然树酯或合成树酯,典型的是聚合树酯或缩合树酯,如氨基塑料,优选脲/甲醛树酯和蜜胺/甲醛树酯,醇酸树酯,酚醛塑料,聚碳酸酯,聚烯烃,聚苯乙烯,聚氯乙烯,聚酰胺类,聚氨酯类,聚酯,ABS,聚苯醚,橡胶,酪素,聚硅氧烷和硅氧烷树酯,单独用或用其混和物。

上述的高分子量有机化合物可以单独获得,或以像塑料(熔融或纺丝溶液状),油漆,涂料或印刷油墨的形式获得。根据最后使用的要求,可以得策地作为调色剂或以制剂形式使用本发明的混合晶体或固体溶液。

以被着色的高分子量有机物料计算,本发明的混合晶体或固体溶液的用量,按重量计为0.01-30%,优选0.1-10%。

用本发明的混合晶体或固体溶液使高分子量有机材料着色的方法是用滚磨机，混和或研磨设备，将这些混合晶体或固体溶液本身或以母料形式加入到基质中。然后用已知方法，方便的是通过压延，模塑，挤出，涂渍，浇铸或注塑法使着色原料成为所希望的最后形式。为了生产不易脆化的模制品或减少它们的脆性，在加工前通常在高分子量的化合物中加入增塑剂。适用的增塑剂典型的是磷酸、邻苯二甲酸或癸二酸的酯类。可在把颜料加入到聚合物之前或之后把增塑剂加到新的混合晶体或固体溶液中。为了获得不同的色调，除了加入新的混合晶体或固体溶液外，还可以以任意量往高分子量有机材料中加入填料或其它的发色组份如白色，彩色或黑色的颜料。

将着色油漆、涂料和印刷油墨，高分子量有机材料和本发明的混合晶体或固体溶液，及与其一起的添加剂，如填料，其它颜料，催化干剂或增塑剂，在常用的溶剂或溶剂混和物中微细地分散或溶解。操作方法可以是将各组分本身或几个组分一起分散或溶解在溶剂中，此后混和所有的组分。

新颖混合晶体和固体溶液尤其适于塑料，更具体说聚氯乙烯和聚烯烃和油漆(优选汽车漆)的着色。

当用于例如聚氯乙烯或聚烯烃着色时，新的混合晶体及新的固体溶液具有良好的全面的颜料性能，如良好的分散性，优良的着色强度和纯度，良好的耐色移，耐热，耐光和耐候性以及良好的遮盖力。

由下列实施例来说明本发明。

实施例1:a)每隔一小时以3的增量，往14.57g(0.0512mol)1,4-二酮基-3,6-二苯基-吡咯并[3,4-c]吡咯和3.23g(0.026mol)4-二甲

基氨基吡啶在500ml四氢呋喃(分子筛干燥过的)中的混和物中，加入27.94g(0.128mol)重碳酸二-叔丁酯。在室温，隔绝潮湿空气的条件下搅拌如此获得的红色悬浮液2小时，产生暗绿的溶液。在减压下蒸馏掉溶剂。用5%的碳酸氢钠水溶液洗涤此黄色的残渣，用水漂洗，在室温下真空干燥，得到N,N-二-叔-丁氧基羰基-1,4-二酮基-3,6- 二苯基-吡咯并[3,4-c]吡咯24.5g(理论值的98%)。

分析:

1H-NMR(CDCL3):7.75(d,4H);7.48-7.50(m,6H);1.40(s,18H)。

b) 往8.44g(0.021mol)1,4-二酮基-3,6-二-(4-叔丁基苯基)吡咯并[3,4-c]吡咯和1.49g(0.012mol)4-二甲基氨基吡啶在 100mlN,N-二甲基甲酰胺(分子筛干燥过的)中的混和物中，加入24. 29g(0.111mol)重碳酸二-叔丁酯。在室温，隔绝潮湿空气的条件下搅拌如此获得的红色悬浮液3小时，颜色变为橙黄色。通过过滤分离出沉淀物质，用冷的蒸馏水重复洗涤残渣，在室温真空下干燥，得到亮黄色产物N,N-二-叔-丁氧基羰基-1,4-二酮基-3,6-二-(4-叔丁基苯基)吡咯并[3,4-c]吡咯11.40g(理论值的90%)。

分析:

1H-NMR(CDCL3):7.69(d,4H);7.48(d,4H);1.43(s,18H);1.34(s,18H)。

c) 在室温下，将1.5g(3.07mmol)N,N′-二叔-丁氧基羰基-1,4-二酮基-3,6-二苯基-吡咯并[3,4-c]吡咯(a)和1.84g(3,07mmol)N,N′-二-叔-丁氧基羰基-1,4-二酮基-3,6-二-(4-叔丁基苯基)吡咯并[3,4-c]吡咯(b)的混和物溶解在100ml甲苯中。把黄色的溶液进行搅拌加热至70℃，然后加入2.90g的甲苯-4-磺酸单水合物。 加热混和物

至100℃，在此温度搅拌16小时，然后使它冷却至室温。 通过过滤分离如此获得的固态紫色物质，先用甲醇洗涤，然后用蒸馏水洗涤，在60℃真空干燥，得到紫红色粉末1.86g(理论值的87.9%)。

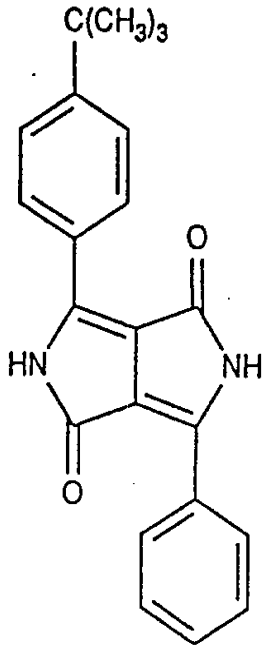
分析:	C	H	N
理论值:	76.73%	5.85%	8.13%
测量值:	76.80%	5.82%	8.05%

用Siemens D 500® X-射线衍射仪(CuKα辐射)，用常规的方法测得完整的X-射线衍射图。

用下列衍射谱线表征X-射线衍射图:

晶面间的间距 (d-值Å)	两倍色调角 (2θ)	相对强度
18.9113	4.669	100
6.1915	14.294	7
4.9491	17.908	43
3.3535	26.559	48
3.2997	26.559	22

作为对比，用下列衍射谱线表征已知的式(X)的



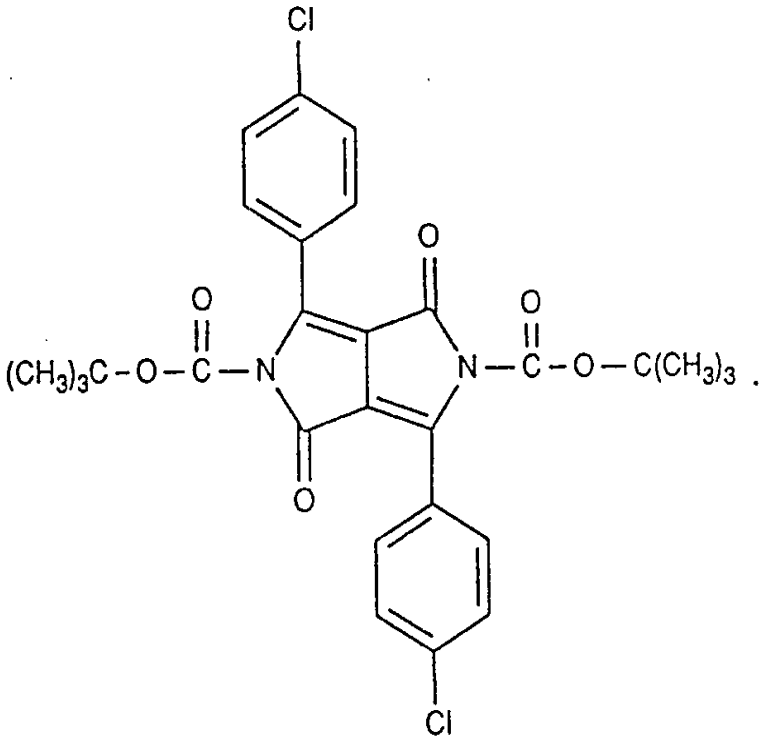
(X)

不对称二酮基吡咯并吡咯X-射线衍射图：

晶面间的间距 (d-值Å)	两倍色调角 (2θ)	相对强度
18.5598	4.757	100
6.1761	14.329	8
4.9262	17.992	27
3.3446	26.631	32
3.2901	27.080	15

在PVC和涂料的着色剂中，混合的复合物的行为与式X 的对应的不对称二酮基吡咯并吡咯的相同。

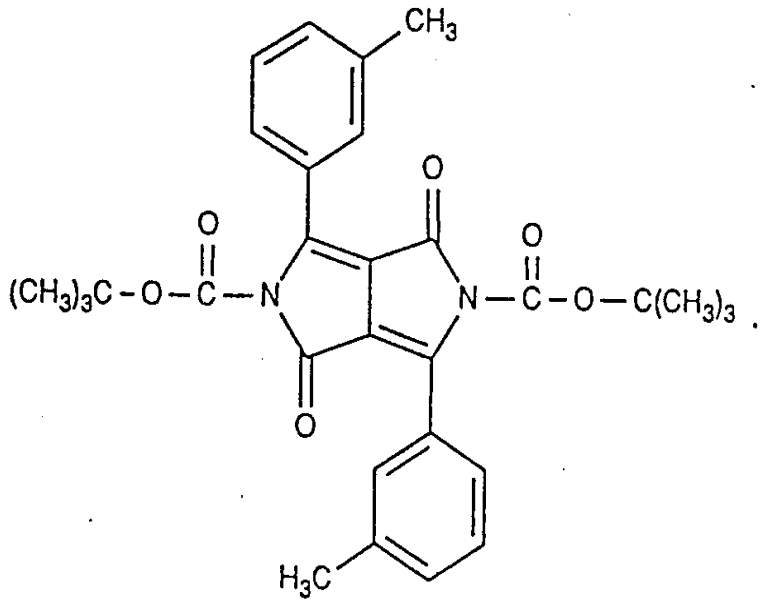
实施例2：a)往20.0g 1,4-二酮基-3,6-二-(4-氯苯基)吡咯并[3,4-c]吡咯于500ml N,N-二甲基甲酰胺的悬浮液中加入1.78g 4-二甲基氨基吡啶，然后加入26.8g 重碳酸二-叔丁基酯。在室温，隔绝潮湿空气的条件下搅拌反应混和物。15小时后进一步加入26.8g 重碳酸二-叔丁基酯，继续搅拌30小时。通过过滤分离出沉淀的棕黄产物，用甲醇洗涤，在室温真空下干燥，得到21.8g(理论值的70%)下式的产品



分析：	C	H	N	Cl
理论值：	60.33%	4.70%	5.03%	12.72%
测量值：	60.24%	4.79%	4.92%	12.50%

b) 往10.0g 1,4-二酮基-3,6-二-(3-甲基苯基)-吡咯并[3,4-c]

吡咯和1.0g 4-二甲基氨基吡啶在350ml 四氢呋喃中的混和物中加入15.2g重碳酸二-叔丁基酯。在室温，隔绝潮湿空气的条件下搅拌如此获得的橙黄色悬浮液20小时。然后在减压下蒸馏掉溶剂。先用水洗涤棕色的残渣，然后用甲醇洗涤，在室温真空干燥，得到14.1g(理论值的86.5%)下式的亮黄色产品



分析:	C	H	N
理论值:	69.75%	6.24%	5.42%
测量值:	69.82%	6.40%	5.47%

c) 加热并搅拌在400ml甲苯中的6.97g(12.5 mmol)a)的产物和6.46g(12.5mmol)b)的产物的混和物，至60℃，然后加入11.89g甲苯-4-磺酸。加热混和物至100℃，在这个温度搅拌2小时，然后冷却到室温。通过过滤分离沉淀出的产品，在300ml甲醇中加热至60℃，在这个温度搅拌30分钟。然后通过过滤分离产品，首先用甲醇洗涤，然后用蒸馏水洗涤，在60℃真空干燥，得到6.8g(理论值的81%) 红色粉

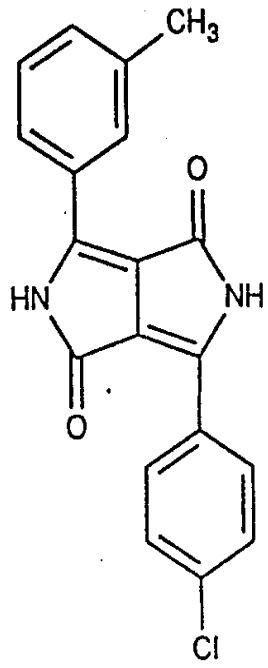
末。

分析:	C	H	N	Cl
理论值:	67.76%	3.89%	8.32%	10.53%
测量值:	66.92%	3.89%	8.24%	11.13%

用下列衍射谱线表征X-射线衍射图

晶面间的间距 (d-值Å)	两倍色调角 (2θ)	相对强度
15.3172	5.765	99
7.5658	11.687	14
6.8504	12.913	26
6.3196	14.003	34
6.1515	14.387	48
5.0223	17.645	22
3.6887	24.107	22
3.3206	26.827	100
3.1567	28.248	17

作为对比，用下列衍射谱线表征已知的式(XI)的



(XI)

不对称二酮基吡咯并吡咯X-射线衍射图：

晶面间的间距 (d-值Å)	两倍色调角 (2θ)	相对强度
15.3005	5.772	100
7.5601	11.696	13
6.8195	12.971	24
6.2099	14.251	54
5.0456	17.563	24
3.6945	24.069	22
3.3298	26.751	80
3.1446	28.359	17

在PVC和涂料的着色中，混合的复合物的行为与式XI的对应的不

对称二酮基吡咯并吡咯的相同。

实施例3: a)(制备混合晶体)

加热并搅拌在380ml甲苯中的7.21g(12.0mmol)实施例1b) 的产物和6.69g(12.0mmol) 实施例 2a)的产物的混和物,至60℃。 然后加入11.41g甲苯-4-磺酸。加热混和物至100℃,在这个温度搅拌2小时,然后冷却到室温。通过过滤分离沉淀的颜料,首先用甲醇洗涤,然后用蒸馏水洗涤,在80℃真空干燥,得到8.27g(理论值的91%)红色粉末。

分析:	C	H	N	Cl
理论值:	69.25%	4.94%	7.42%	9.93%
测量值:	69.67%	5.05%	7.40%	9.32%

用下列衍射谱线表征X-射线衍射图:

晶面间的间距 (d-值Å)	两倍色调角 (2Θ)	相对强度
19.4208	4.55	59
6.3517	13.93	15
4.9880	17.77	83
3.7947	23.42	7
3.6444	24.40	7
3.3649	26.47	100

3.2301	27.59	31
3.1587	28.23	8
3.0305	29.45	9

b) (从可溶的二酮基吡咯并吡咯制备固体溶液)

加热并搅拌在150ml甲苯中的2.40g(4.0mmol)实施例1b)的产物和3.34g(6.0mmol)实施例2a)的产物的混合物，至60℃。往如此获得的溶液中加入2.38g甲苯-4-磺酸单水合物，并加热至100℃。在这个温度搅拌混和物2小时，然后冷却到室温。通过过滤分离所获得的固态红色物质，首先用甲醇洗涤，然后用水洗涤，在80 ℃真空干燥炉中干燥，得到3.5g(理论值的93%)红色粉末。

分析:	C	H	N	Cl
理论值:	67.99%	4.63%	7.48%	11.36%
测量值:	67.93%	4.65%	7.52%	11.48%

用下列衍射谱线表征X-射线衍射图:

晶面间的间距 (d-值Å)	两倍色调角 (2Θ)	相对强度
19.3152	4.57	70
6.3410	13.96	19
4.9820	17.79	89
3.7899	23.45	9

3.6375	24.45	11
3.3617	26.49	100
3.2272	27.62	33
3.1664	28.16	16
3.0262	29.49	11

从上述可以看出，固体溶液的晶体结构与相应的混合晶体(a)的实际上相同。

实施例4：a)(制备可溶的二酮基吡咯并吡咯)

往在400ml四氢呋喃中的10.15g 1,4-二酮基-3,6-二-(4-氯基苯基)-吡咯并[3,4-c]吡咯和19.6g重碳酸二- 叔丁基酯混合物中加入0.92g 4-二甲基氨基吡啶。在室温，隔绝潮湿空气的条件下搅拌如此获得的红色悬浮液20小时。在减压下蒸馏掉溶剂。用甲醇洗涤棕色的残渣，在室温真空干燥，得到10.6g(理论值的66%)N,N′,二-叔-丁氧基羰基-1,4-二酮基-3,6-二- (4-氯基苯基)-吡咯并[3,4-c]吡咯。

分析：	C	H	N
理论值：	66.91%	4.87%	10.40%
测量值：	66.84%	5.02%	10.32%

b) (制备混合晶体)

加热并搅拌在380ml甲苯中的6.69g(12.0mmol)实施例2a) 的产

物和6.46g(12.0mmol)a)的产物的混和物，至60°C，接着加入11.41g甲苯-4-磺酸。加热混和物至100°C，在这个温度搅拌1.5小时，然后冷却到室温。得到8.40g紫色粉末。

分析	C	H	N	Cl
理论值	65.76%	2.90%	12.20%	9.92%
测量值	64.55%	3.12%	12.00%	9.62%

用下列衍射谱线表征X-射线衍射图：

晶面间的间距 (d值Å)	两倍色调角 (2Θ)	相对强度
15.5974	5.66	58
7.8658	11.24	25
6.5248	13.56	31
6.0649	14.59	36
3.8137	23.31	21
3.3093	26.92	100
2.9923	29.84	24

c)(通过碱沉淀制备固体溶液)

将1.43g (4.0mmol)1，4-二酮基-3，6-二-(4-氯苯基)吡咯并[3，4-c]吡咯，2.03g (6.0mmol)1，4-二酮基-3，6-二-(4-氰基苯基)-吡咯并[3，4-c]吡咯和1.24g氢氧化钾在75ml二甲基亚砜中的悬浮液加热至50°C，在这个温度搅拌2小时。然后，冷却反应混和物至室温，并加至150ml水和2.2ml盐酸(发烟，37%)的混合物中，

然后在室温搅拌4小时。过滤红色的反应混和物，用甲醇洗涤滤饼，然后用水洗涤滤饼，在80°C，真空干燥此颜料，得到3.2g红色粉末。

分析	C	H	N	Cl
理论值	66.68%	2.91%	12.96%	8.20%
测量值	66.02%	3.01%	12.75%	8.02%

用下列衍射谱线表征X-射线衍射图：

晶面间的间距 (d值Å)	两倍色调角 (2Θ)	相对强度
16.0744	5.49	100
7.8749	11.23	30
6.5456	13.52	36
6.0875	14.54	48
3.7996	23.39	28
3.2872	27.11	100
3.0003	29.75	26

从上述可以看出，固体溶液的晶体结构与相应的混合晶体(b)的实际上相同。

实施例5a)(制备可溶的二酮基吡咯并吡咯)

往17.9g 1，4-二酮基-3，6-二-(3-氯苯基)吡咯并[3，4-c]吡咯在500ml四氢呋喃的悬浮液中加入27.3g重碳酸二-叔丁基酯，然后加入1.53g二甲基氨基吡啶。在室温，隔绝潮湿空气的条件下搅拌反应混和物24小时。然后在减压下蒸馏掉溶剂。用甲醇洗涤残渣，然后在室温真空干燥，得到24.8g(理论值的89%)亮黄色产物N,N′-二-叔-丁氧基羰基-1，4-二酮基-3，6-二-(3-氯苯基)-吡咯并[3，4-c]吡咯。

分析	C	H	N	C1
理论值	60.33%	4.70%	5.03%	12.72%
测量值	60.33%	4.79%	5.03%	12.72%

b)(从可溶的二酮基吡咯并吡咯制备混合晶体)

加热并搅拌在350ml甲苯中的4.89g(10.0mol)实施例1a)的产物和5.57g(10.0mmol) a)的产物的混和物，至60°C。往如此获得的溶液中加入9.51g甲苯-4-磺酸单水合物，加热混和物至105°C，然后冷却到室温。通过过滤分离如此获得的固体物质，首先用甲醇洗涤，然后用水洗涤，在80°C真空干燥，得到6.1g红色粉末。

分析	C	H	N	C1
理论值	66.99%	3.44%	8.68%	10.98%
测量值	66.48%	3.42%	8.68%	11.25%

用下列衍射谱线表征X-射线衍射图：

晶面间的间距 (d 值Å)	两倍色调角 (2θ)	相对强度
14.3114	6.17	92
6.7532	13.10	52
6.4304	13.76	25
5.8638	15.10	25
4.7102	18.83	35
3.7250	23.87	33
3.4730	25.63	44
3.2671	27.27	100
2.3366	38.50	11

c)通过碱沉淀制备混合晶体)

将2.02g(7.0mmol) 1，4-二酮基-3，6-二-苯基吡咯并[3，4-c]吡咯，2.50g (7.0mmol)1，4-二酮基-3，6-二-(3-氯苯基)-吡咯并[3，4-c]吡咯和1.24g氢氧化钠在100ml 1-甲基-2- 吡咯烷酮中的混和物；在室温搅拌24小时。将反应混和物在70分钟内， 加至100ml甲醇，100ml水和1.67ml浓硫酸的混和物中，然后在室温搅拌6小时。通过过滤分离所获得的红色混和物，用水洗涤，在60° C真空干燥，得到4.1g(理论值的87%)的红色粉末。

分析	C	H	N	Cl
理论值	66.99%	3.44%	8.68%	10.98%
测量值	66.68%	3.47%	8.68%	10.84%

用下列衍射谱线表征X-射线衍射图：

晶面间的间距 (d 值Å)	两倍色调角 (2θ)	相对强度
14.2590	6.19	100
6.7650	13.08	41
6.4380	13.74	24
5.9045	14.99	22
4.7043	18.85	39
3.7186	23.91	32
3.4688	25.66	40
3.2725	27.23	89
2.3380	38.47	10

d)(通过碱的沉淀制备固体溶液)

将1.73g (6.0mmol) 1，4-二酮基-3，6-二-苯基吡咯并[3，4-c]吡咯，1.43g (4.0mmol)1，4-二酮基-3，6-二-(3-氯苯基)-吡咯并[3，4-c-]吡咯和0.88g氢氧化钠在75ml 1-甲基-2- 吡咯烷酮中的混合物加热至50°C，并在这个温度搅拌通宵。然后， 冷却反应混合物至室温，在10°C将反应混合物在75分钟内， 加至75ml甲醇，75ml水和1.2ml浓硫酸的混合物中，然后在室温搅拌20小时。

通过过滤红色的混合物，用甲醇洗涤，然后用水洗涤，在60°C 真空干燥，得到2.7g(理论值的85%)的红色粉末。

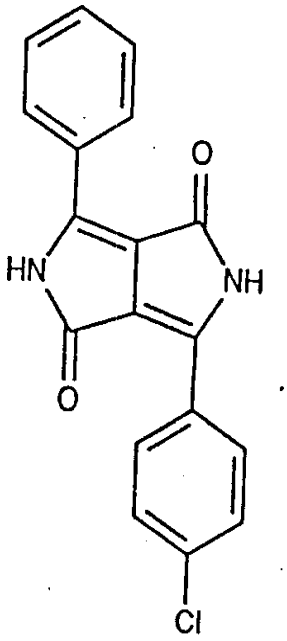
分析	C	H	N	C1
理论值	69.20%	3.65%	8.97%	7.94%
测量值	68.05%	3.64%	8.92%	8.60%

用下列衍射谱线表征X-射线衍射图：

晶面间的间距 (d 值Å)	两倍色调角 (2θ)	相对强度
14.4039	6.13	100
6.7881	13.03	34
6.4211	13.78	22
5.9361	14.91	20
4.7087	18.83	34
3.7402	23.77	30
3.4720	25.64	32
3.2886	27.09	80
2.3381	38.47	10

上述可以看出，固体溶液的晶体结构与相应的混合晶体(b&c)的实际上相同。

实施例6：重复实施例4，仅有的不同是用相同量的1，4-二酮基-3，6-二-苯基吡咯并[3，4-c]吡咯代替1，4-二酮基-3，6-二(4-氯基苯基)-吡咯并[3，4-c]吡咯。所获得的混合晶体的晶体结构实际上与对应于下式

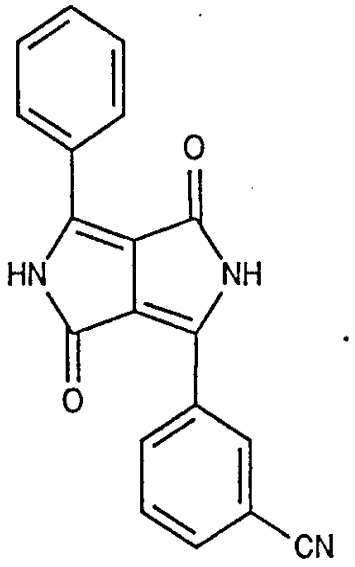


的不对称二酮基吡咯并吡咯的相同

分析	C	H	N	C1
理论值	66.99%	3.44%	8.68%	10.98%
测量值	66.36%	3.50%	8.63%	11.02%

实施例7:重复实施例1，仅有的不同是用相同量的1，4- 二酮基-3，6-二-(3-氯基苯基)吡咯并[3，4-c]吡咯代替1，4-二酮基-3，6-二-(4-叔丁基苯基)-吡咯并[3，4-c]吡咯。所获得的混合

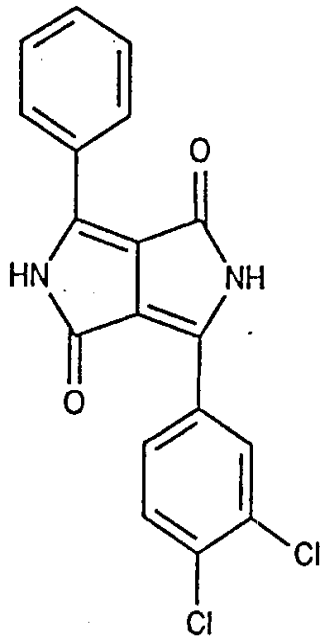
晶体的晶体结构实际上与对应于下式



的不对称二酮基吡咯并吡咯的相同。

分析	C	H	N
理论值	72.84%	3.54%	13.41%
测量值	72.07%	3.63%	13.15%

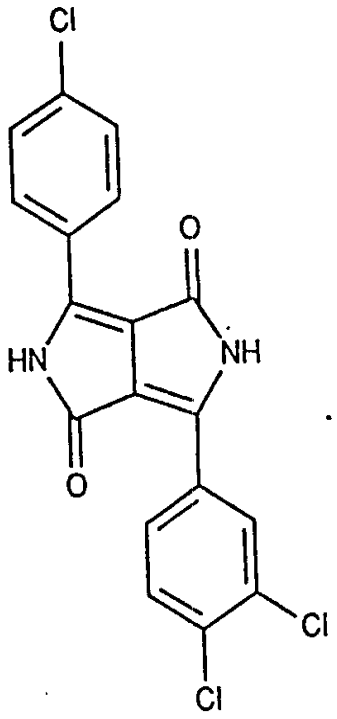
实施例8：重复实施例1，仅有的不同是用相同量的1，4- 二酮基-3，6-二-(3，4-二氯苯基)吡咯并[3，4-c]吡咯代替1，4-二酮基-3，6-二-(4-叔丁基苯基)-吡咯并[3，4-c]吡咯。 所获得的混合晶体的晶体结构实际上与对应于下式



的不对称二酮基吡咯并吡咯的相同。

分析	C	H	N	Cl
理论值	60.53%	2.82%	7.84%	19.85%
测量值	60.47%	2.95%	7.83%	19.55%

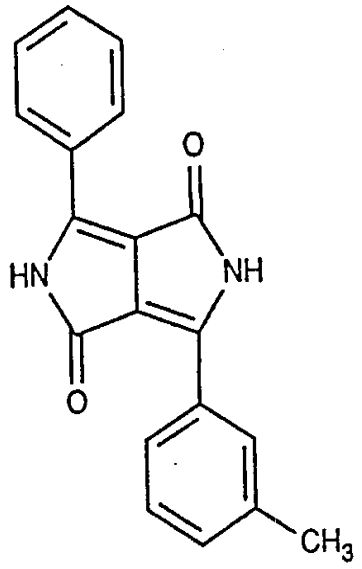
实施例9：重复实施4c)，不同的是用5.0mmol 1，4-二酮基-3，6-二-(4-氯苯基) 吡咯并[3，4-c]吡咯和5.0mmol 1，4-二酮基-3，6-二-(3，4-二氯苯基)吡咯并[3，4-c]吡咯，代替4.0mmol 1，4-二酮基-3，6-二-(4-氯苯基)吡咯并[3，4-c]吡咯和6.0mmol 1，4-二酮基-3，6-二-(4-氰基苯基)-吡咯并[3，4-c]吡咯，并用 1.68g氢氧化钾和70ml二甲基亚砜代替1.24g氢氧化钾和75ml 二甲基亚砜。所获得的混合晶体的晶体结构实际上与对应于下式



的不对称二酮基吡咯并吡咯的相同。

分析	C	H	N	Cl
理论值	55.20%	2.32%	7.15%	27.16%
测量值	55.14%	2.47%	7.11%	26.53%

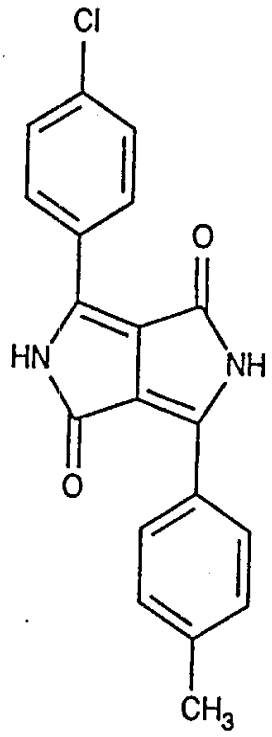
实施例10：重复实施例1，仅有的不同是用相同量的1，4-二酮基-3，6-二-(3-甲基苯基)吡咯并[3，4-c]吡咯代替1，4-二酮基-3，6-二-(4-叔丁基苯基)-吡咯并[3，4-c]吡咯。所获得的混合晶体的晶体结构实际上与对应于下式



的不对称二酮基吡咯并吡咯的相同。

分析	C	H	N
理论值	75.48%	4.67%	9.27%
测量值	75.12%	4.75%	9.21%

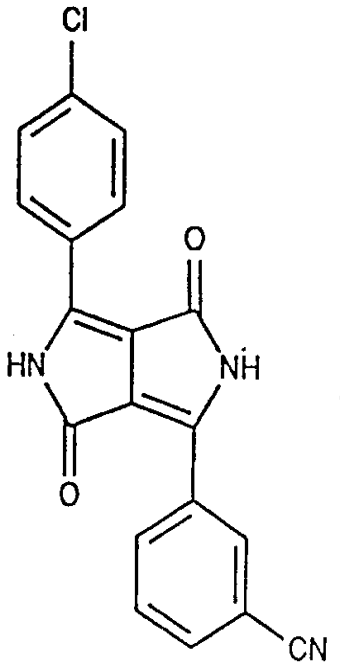
实施例11：重复实施例1，仅有的不同是用相同量1，4- 二酮基-3，6-二-(4-氯苯基)吡咯并[3，4-c]吡咯和1，4-二酮基- 3，6-二-(4-甲基苯基)吡咯并[3，4-c]吡咯代替1，4-二酮基-3，6-二-苯基吡咯并[3，4-c]吡咯和1，4-二酮基-3，6-二-(4- 叔丁基苯基)-吡咯并[3，4-c]吡咯。 所获得的混合晶体的晶体结构实际上与对应于下式



的不对称二酮基吡咯并吡咯的相同。

分析	C	H	N	C1
理论值	67.76%	3.89%	8.32%	10.53%
测量值	67.52%	4.00%	8.26%	10.68%

实施例12：重复实施例11，仅有的不同是用相同量1，4-二酮基-3，6-二-(3-氰基苯基)吡咯并[3，4-c]吡咯代替1，4-二酮基-3，6-二-(4-甲基苯基)吡咯并[3，4-c]吡咯。所获得的混合晶体的晶体结构实际上与对应于下式



的不对称二酮基吡咯并吡咯的相同。

分析	C	H	N	C1
理论值	65.76%	2.90%	12.20%	9.92%
测量值	65.16%	3.17%	11.88%	10.06%

实施例13：在分散器中(总漆：150g；5%的颜料)，将7.5g 实施例1的混合晶体，98.9g包括

41.0g 乙酰丁酸纤维素酯,20%在丁醇/二甲苯 2:1 中(Eastman Chem) ® CAB 531.1，

1.5g 辛酸锆，

18.5g ® SOLVESSO 150(芳香烃：ESSO)，

21.5g 乙酸丁酯，和

17.5g 二甲苯，

的CAB溶液，36.5g聚酯树脂 ® DYNAPOL H700(Dynamit Nobel)，4.6g 蜜胺树脂 MAPRENAL, MF650 (Hoechst) 和 2.5g 分散剂 ®DISPERBYK 160 (BYK Chemie)一起分散90分钟。

对于底涂层，把27.69g如此获得的主色漆与17.31g包括

12.65g ® SILBERLINE SS 3334AR, 60% (Silberline Ltd.)

56.33g CAB溶液(如上述组成)

20.81g 聚酯树脂 ® DYNAPOL H700

2.60g 蜜胺树脂 ® MAPRENAL MF650

7.59g ® SOLVESSO 150

的Al储备液(8%)进行混和,喷涂到铝片上(湿膜c.20 μm).在室温下在空气中干燥30分钟后，把包括

29.60g 的丙烯酸树脂 ® URACRON 2263 XB,50% 在二甲苯/丁醇(Chem. Fabrik Schweizerhalle) 中，

5.80g 的密胺树脂 ® CYMEL 327，90%在异丁醇中，

2.75g 丁基乙二醇醋酸酯，

5.70g 二甲苯，

1.65g 正丁醇，

0.50g 的硅油，1%在二甲苯中，

3.00g 的光稳定剂 ® TINUVIN 900，10%在二甲苯中(Ciba)，

1.00g 的光稳定剂 ® TINUVIN 292，10%在二甲苯中(Ciba)

的TSA漆，喷涂在其上面作为面漆(湿膜 c. 50μm)。 在室温在空

气中进一步干燥30分钟后，在130°C，对漆加热30分钟。

实施例14：混有67g聚氯乙烯，33g邻苯二甲酸二辛酯,2g二丁基二月桂酸锡和2g二氧化钛的0.6g实施例5c的混合晶体，于160°C，在滚磨机上加工15分钟成薄膜。如此获得的PVC 膜具有极好的颜色强度，耐移动和耐光。

实施例15:在混和鼓中完全混和1000g聚丙烯颗粒(® DAPLEN PT-55，Chemie LINZ)和20g由10g实施例3b的固体溶液和10g二十二碳烷酸镁制成的50%颜料制剂。然后，在温度260-285°C 按照熔体纺丝工艺将经如此处理的颗粒纺丝。获得具有良好光坚牢性和织物坚牢性能的红色丝。