



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤ Int. Cl.³: C 09 B 67/22

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978



⑫ PATENTSCHRIFT A5

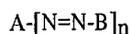
⑪

620 238

<p>⑳ Gesuchsnummer: 1602/76</p> <p>㉒ Anmeldungsdatum: 10.02.1976</p> <p>③① Priorität(en): 12.02.1975 GB 6041/75</p> <p>㉔ Patent erteilt: 14.11.1980</p> <p>④⑤ Patentschrift veröffentlicht: 14.11.1980</p>	<p>⑦③ Inhaber: CIBA-GEIGY AG, Basel</p> <p>⑦② Erfinder: Dr. George Heddle Robertson, Paisley/Renfrewshire (GB) Dr. David Price, Alderley Edge/Ches (GB) Dr. Raymond Nicolson Birrell, Sale/Ches (GB)</p>
--	--

⑤④ **Pigmentzusammensetzungen aus einem organischen Pigment und einem heterocyclischen Azopigment.**

- ⑤⑦ Pigmentzusammensetzungen enthaltend
- a) ein organisches Pigment
 - b) 0,5-20 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gewicht des organischen Pigments, eines davon verschiedenen Pigmentes der Formel

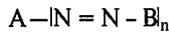


Betreffend die Bedeutungen der Substituenten und Symbole A, B und n wird auf den Patentanspruch 1 verwiesen.

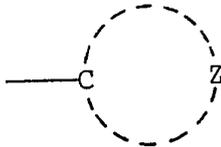
Die neuen Pigmentzusammensetzungen zeichnen sich aus durch gute Farbstärke und Glanz und insbesondere durch erhöhte rheologische Eigenschaften in Druckfarben und Anstrichmedien.

PATENTANSPRÜCHE

1. Pigmentzusammensetzung enthaltend (a) ein organisches Pigment und (b) 0,5–20 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gewicht des organischen Pigmentes, eines davon verschiedenen Pigmentes der Formel



worin n die Zahlen 1 oder 2, A einen Aryl- oder heterocyclischen Rest, B einen Aryl- oder heterocyclischen Rest bedeuten und worin A und/oder B einen Rest der Formel



enthalten, worin Z eine Gruppe von Atomen bedeutet, die notwendig ist, um ein Benzimidazol-, Pyridin-, Benzodiazepin-, Chinolin-, Isochinolin- oder Naphthimidazolrest zu bilden.

2. Pigmentzusammensetzung gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das organische Pigment ein Azopigment ist.

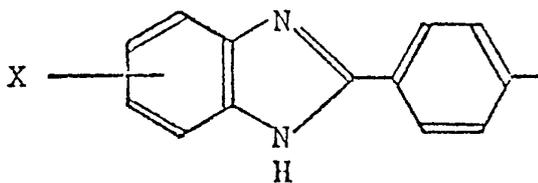
3. Pigmentzusammensetzung gemäss Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Azopigment ein Arylamidazopigment ist.

4. Pigmentzusammensetzung gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass A einen gegebenenfalls substituierten Naphthyl-, Phenyl- oder Diphenylrest bedeutet.

5. Pigmentzusammensetzung gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass n die Zahl 1 und A einen gegebenenfalls substituierten Acetoacetyl-arylamid-, einen 1-Arylpyrazol-5-on-, einen β -Naphthyl- oder einen 3-Hydroxy-2-naphthoesäure-anilidrest bedeuten.

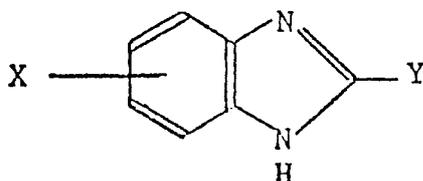
6. Pigmentzusammensetzung gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass n die Zahl 2 und A einen gegebenenfalls substituierten 1,3- oder 1,4-Bisacetoacetylphenylendiaminrest bedeuten.

7. Pigmentzusammensetzung gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass A ein Radikal der Formel



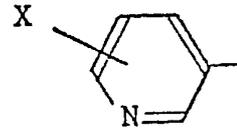
bedeutet, worin X ein Wasserstoff- oder Halogenatom, eine Alkyl- oder Alkoxygruppe mit 1–6 Kohlenstoffatomen, eine Nitro-, Carbonsäure-, Sulfosäuregruppe, ein Alkalimetallcarboxylat-, Alkalimetall-sulfonat- oder Arylazorest ist.

8. Pigmentzusammensetzung gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass B ein Radikal der Formel



bedeutet, worin X die in Anspruch 7 angegebene Bedeutung hat und Y die Gruppen $-CH_2-CN$, $-CH_2-COCH_3$ oder $-NHCO-CH_2-COCH_3$ bedeutet.

9. Pigmentzusammensetzung gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass A ein Radikal der Formel



bedeutet, worin X die in Anspruch 7 angegebene Bedeutung hat.

15

Die vorliegende Erfindung betrifft neue Pigmentzusammensetzungen, wie sie in den Ansprüchen definiert sind.

Es ist bereits bekannt, dass durch Zugabe von bestimmten Azoverbindungen mit basischen Gruppen in ein organisches Pigment Pigmentzusammensetzungen erhalten werden, mit verbesserten Eigenschaften im Vergleich zu den unbehandelten Pigmenten. Solche bekannten Verfahren sind in den GB-PS 1 138 465 und Nr. 1 139 294 beschrieben.

Es wurde nun gefunden, dass durch Einverleibung bestimmter Pigmente, die einen heterocyclischen Rest mit mindestens einem basischen Stickstoffatom enthalten, in ein organisches Pigment, Pigmentzusammensetzungen mit deutlich besseren Eigenschaften, speziell in Materialien auf Öl-Basis, erhalten werden.

Das organische Pigment, d. h. die Komponente (a) der Pigmentzusammensetzung der vorliegenden Erfindung, kann sein ein Antrachinon-, Chinakridon- oder Phthalocyaninpigment, vorzugsweise jedoch ein Azopigment, wie Naphthol- oder, besonders bevorzugt, Arylamid-Azopigment.

Beispiele für bevorzugte Mono-arylamid-Azopigmente schliessen diejenigen ein, die erhalten werden bei der Kupplung der Diazoverbindung von Aminen wie 4-Nitroanilin, 2,4-Dichloranilin, 2,4,5-Trichloranilin, 4-Chlor-2-nitroanilin, 2-Nitroanilin, 4-Methyl-2-nitroanilin, 4-Chlor-2-methylanilin, 2-Methoxy-4-nitroanilin, 2-Äthoxy-4-nitroanilin, 2-Methyl-4-nitroanilin, 2-Chlor-4-nitroanilin, 2,4-Dinitroanilin mit Acetoacetylarylamiden, wie Acetoacetanilid, Acetoacet-m-xylidid, Acetoacet-o-chloranilid, Acetoacet-o-anisidid, Acetoacet-o-phenetidid, Acetoacet-5-chlor-2,4-dimethoxy-anilid, Acetoacet-2,5-dimethoxy-anilid, Acetoacet-2,5-dimethoxy-4-chloranilid, Acetoacet-o-toluidin, Acetoacet-p-toluidin, und Acetoacet-p-phenetidid. Die bevorzugten Diarylamid-Azopigmente schliessen diejenigen ein, die erhalten werden bei der Kupplung der Diazoniumverbindung von 3,3'-Dichlorbenzidin, 3,3'-Dimethoxybenzidin, 3,3',5,5'-Tetrachlorbenzidin, 4,4'-Diaminodiphenylmethan oder 4,4'-Diaminodiphenylsulfon mit einem der obengenannten Acetoacetylarylamiden oder bei der Kupplung eines Bis-acetoacetylarylamides, wie zum Beispiel 1,4- oder 1,3-Bis-acetoacetylphenylendiamin mit der Diazoverbindung eines der obenerwähnten Monoaminen.

Beispiele geeigneter Naphthol-Azopigmente sind solche, die erhalten werden bei der Kupplung eines diazotierten oder tetrazotierten Mono- oder Diamins der obengenannten Reihe mit β -Naphthol oder mit einem 3-Hydroxynaphthoesäure-arylamid, wie

3-Hydroxy-2-naphthanilid
3-Hydroxy-2-naphth-(2-methyl)-anilid
3-Hydroxy-2-naphth-(2-methoxy)-anilid
3-Hydroxy-2-naphth-(2-methyl-4-chlor)-anilid.

Hinsichtlich der Komponente (b) der vorliegenden Erfindung kann der Rest A von einem Amin $A(NH_2)_n$ oder von einer Kupplungskomponente $A(H)_n$ abgeleitet werden, worin n die Zahlen 1 oder 2 bedeutet.

Wenn A ein Rest einesamins der Formel $A(NH_2)_n$ ist, so handelt es sich vorzugsweise um Arylreste wie Naphthyl- und insbesondere Phenyl- und Biphenylreste, die gegebenenfalls ein- oder mehrmals substituiert sind. Beispiele geeigneter Substituenten sind Halogenatome, insbesondere Chlor- und Bromatome, Alkylgruppen mit 1-6 Kohlenstoffatomen, vor allem Methylgruppen, Alkoxygruppen mit 1-6 Kohlenstoffatomen, vor allem Methoxygruppen, Nitro-, Carbonsäure- und Sulfonsäuregruppen, Alkalimetall-Carboxylat-, Alkalimetall-Sulfonat- und Arylazogruppen.

Geeignete spezifische Diazo- oder Tetrazoreste A, die keinen Rest der Formel II enthalten, sind solche, die von den Aminen abgeleitet werden, welche oben bereits als Beispiele für die Herstellung der bevorzugten Mono- und Diarylamid-Azopigmente der Komponente (a) der vorliegenden Erfindung aufgeführt wurden. Andere geeignete Amine sind die mit Sulfosäure- und Carbonsäuregruppen substituierten Anilinen, wie zum Beispiel 4-Methylanilin-2-sulfosäure, 4-Chlor-5-Methylanilin-2-sulfosäure, 4-Methyl-5-Chloranilin-2-sulfosäure und 4-Amino-benzoesäure.

Wenn A ein Rest einer Kupplungskomponente $A(H)_n$ ist, worin n die Zahl 1 bedeutet, der keine Gruppe der Formel II enthält, so handelt es sich vorzugsweise um einen Rest eines Acetoacetylarylamides, eines 1-Aryl-pyrazol-5-ons, von β -Naphthol oder von 3-Hydroxy-2-naphthoesäureanilid, der unsubstituiert oder substituiert sein kann, und zwar mit einem oder mehreren der Substituenten, die bereits im Zusammenhang mit den Arylresten A für $A(NH_2)_n$ beschrieben wurden.

Wenn hingegen A ein Rest einer Kupplungskomponente $A(H)_n$ ist, worin n die Zahl 2 bedeutet, der keine Gruppe der Formel II enthält, so handelt es sich vorzugsweise um einen Rest eines 1,3- oder 1,4-Bis-acetoacetyl-phenyldiamins in welchem der Phenylkern unsubstituiert oder mit einem oder mehreren der obengenannten Substituenten substituiert sein kann.

Die von Gruppen der Formel II freien Reste B können entweder von einer monofunktionellen Diazoverbindung oder von einer Kupplungskomponente abgeleitet werden, jeweils in Abhängigkeit von der Art des gegenüberstehenden Restes A. Wenn also der Rest A von einer Kupplungskomponente abgeleitet wird, so handelt es sich bei den Diazoesten B vorzugsweise um dieselben wie jene, die von den bevorzugten Monoaminen abgeleitet werden, welche bereits als Grundlage zur Bildung der bevorzugten Monoarylamid-Azopigmente der Komponente (a) der vorliegenden Erfindung erwähnt wurden. In ähnlicher Weise, wenn A von einer Diazo- oder Tetrazoverbindung abgeleitet wird, so ist die gegenüberstehende Kupplungskomponente BH dieselbe wie die bevorzugte obengenannte Kupplungskomponente $A(H)_n$, worin n die Zahl 1 bedeutet.

Als spezifische Beispiele von Kupplungskomponenten $A(H)_n$ oder $B(H)_n$, die frei von Gruppen der Formel II sind, können folgende Verbindungen erwähnt werden:

Acetoacetanilid
Acetoacet-o-toluidin
Acetoacet-o-chloranilid
Acetoacet-m-xylylid
Acetoacet-4-chlor-2,5-dimethoxyanilid
2-Hydroxy-3-naphthoesäure-anilid
1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon

Die Pigmentderivate der Formel I können durch Reaktion einer von $A(NH_2)_n$ [oder $B(NH_2)_n$] abgeleiteten Diazonium- oder Tetrazoniumverbindung mit der entsprechenden Kupplungskomponente BH oder $A(H)_n$ nach den für die Herstellung

von Azopigmenten üblichen Verfahren hergestellt werden.

Die Pigmentzusammensetzungen können durch die verschiedensten Verfahren hergestellt werden. Es können beispielsweise die getrennt hergestellten Pigmente, das organische Pigment [Komponente (a)] und das Pigmentderivat I [Komponente (b)] als trockene Pulver miteinander vermischt werden.

Vorzugsweise stellt man jedoch die Pigmentzusammensetzungen der vorliegenden Erfindung durch Mischen der beiden Komponenten a) und b) in einem wässrigen Medium her. Je nach den gewünschten Eigenschaften des Endproduktes kann das Mischen im wässrigen Medium nach verschiedenen Methoden erfolgen.

Vorzugsweise werden die Komponenten a) und b) nach folgenden Verfahren in wässrigem Medium vermischt:

1. Mischung von getrennt vorbereiteten wässrigen Aufschlämmungen der Komponenten a) und b)
2. Bildung der Komponente a) in Gegenwart der Komponente b)
3. Bildung der Komponente b) in Gegenwart der Komponente a)
4. Zugabe einer sauren Lösung oder Dispersion, vorzugsweise einer essigsauren Lösung oder Dispersion der Komponente b) zur Komponente a).

Obwohl es in diesen vorgezogenen stufenweisen Verfahren nicht erforderlich ist, dass die Diazo- oder Tetrazokomponente der Komponente b) dieselbe sei wie diejenige der Komponente a) und tatsächlich sowohl der Rest A als auch der Rest B eine Gruppe der Formel II enthalten können, ist es für die Erzielung bester Resultate vorzuziehen, dass die Struktur der Komponente a) so ähnlich wie möglich derjenigen der Komponente b) sei.

Die erfindungsgemässen Pigmentzusammensetzungen weisen ausgezeichnete applikatorische Eigenschaften auf. So besitzen die erfindungsgemässen Pigmentzusammensetzungen eine verbesserte Farbstärke, besseren Glanz und insbesondere erhöhte rheologische Eigenschaften, das heisst Fliesseigenschaften, in Druckfarben- und vor allem in Anstrichmedien. Die Verbesserung der rheologischen Eigenschaften ermöglicht eine schnellere Bildung der Dispersion und gestattet es eine grössere Menge der Dispersion aus der Mühle zu holen. Andererseits können auch höhere Pigmentkonzentrationen im Dispersionsprozess eingesetzt werden. In jedem Falle erzielt man einen kommerziellen Vorteil durch Erhöhung der Kapazität. Besonders geeignete Druckfarbenmedien sind Tiefdrucktinten und viskose Drucktinten. Anstrichmedien von besonderem Interesse sind die Alkydharzlacke.

Die folgenden Beispiele erläutern zusätzlich die vorliegende Erfindung. Die Teile beziehen sich auf das Gewicht, wenn nicht anders angegeben. Die Gewichtsteile stehen zu Volumenteile im selben Verhältnis wie kg zu Liter.

Beispiel 1

Aus 30,4 Teilen 3-Nitro-4-aminotoluol in 200 Teilen Wasser und 49,0 Teilen 10 n Salzsäure wird durch Zugabe von 14,0 Teilen Natriumnitrit in 50 Teilen Wasser bei einer Temperatur zwischen -2° und 0° C in einem Zeitintervall von ca. 4 Stunden eine Diazoniumlösung hergestellt. Die erhaltene Diazoniumlösung wird mit Aktivkohle behandelt, abfiltriert und mit Wasser bei 0° C auf 500 Teile gebracht.

Eine Kupplungskomponentenlösung wird durch Auflösen von 34,6 Teilen Acetoacetanilid und 1,8 Teilen 4,7-Dihydro-5-methyl-7-oxo-1H-2,3-benzo-1,4-diazepin in einer Lösung von 8,2 Teilen Natriumhydroxyd in 450 Teilen Wasser hergestellt.

Die beiden Lösungen werden gekuppelt, indem man sie gleichzeitig in eine Lösung von 7,0 Teilen Natriumacetattrihydrat und 3,0 Teilen Eisessig einfließen lässt. Das Einfließen der Lösungen wird so gesteuert, dass der pH-Wert zwischen 4,5

und 5,0 liegt und kein Überschuss an Diazoniumverbindung entsteht. Nach Abschluss der Kupplung wird die Aufschlammung auf 70 °C erhitzt, eine Stunde bei dieser Temperatur stehen gelassen und dann filtriert, gewaschen und getrocknet bei 50 °C.

Wenn 16 Teile der so erhaltenen Pigmentzusammensetzung mit 22,4 Teilen eines Alkydharzlackes und 40,6 Teilen «White Spirit» 16 Stunden lang in einer Kugelmühle vermahlen werden, erhält man ein flüssiges Mahlgut, welches eine Entleerung der Mühle von mehr als 80% gestattet. Wenn hingegen eine Vergleichspigmentzusammensetzung in genau gleicher Weise hergestellt wird, mit der einzigen Ausnahme, dass Benzodiazepin durch eine äquivalente Menge Acetoacetanilid ersetzt wird, und in genau gleicher Weise in einer Kugelmühle vermahlen wird wie oben, so erhält man ein thixotropisches Mahlgut, welches nur zu weniger als 10% aus der Mühle entfernt werden kann.

Wenn die Pigmentzusammensetzung dieses Beispiels in der Konzentration von 28% in einem typischen Lithofirnis dispergiert wird, erhält man eine Druckfarbe mit einem Fließwert von 1500 Dyn/cm² und einer Viskosität, bei einer Schergeschwindigkeit von 0,573 Sek⁻¹, von 4700 Poise, während das in gleicher Weise, aber ohne Benzodiazepin-Zusatz erhaltene Vergleichsmaterial einen Fließwert von 2600 Dyn/cm² und eine Viskosität von 9100 Poise ergibt.

Das 4,7-Dihydro-5-methyl-7-oxo-1H-2,3-benzo-1,4-diazepin-Ausgangsprodukt wird nach der Vorschrift von Ried und Stahlhofen, Chem. Ber. 1957, 90, 828 hergestellt.

Beispiel 2

Eine Diazoniumlösung wird in derselben Weise wie in Beispiel 1 aus 28,9 Teilen 3-Nitro-4-aminotoluol hergestellt.

Eine zweite Diazoniumlösung wird aus 0,5 Teilen 3-Aminopyridin in einer Lösung von 3,0 Teilen 10 n Salzsäure in 20 Teilen Wasser durch Zugabe einer Lösung von 0,7 Teilen Natriumnitrit in 5 Teilen Wasser bei 0 °C hergestellt.

Eine Kupplungskomponentenlösung wird aus 36,5 Teilen Acetoacetanilid durch Auflösen in einer Lösung von 8,2 Teilen Natriumhydroxyd in 450 Teilen Wasser erhalten.

Die erste Diazoniumlösung und die Kupplungskomponentenlösung werden durch gleichzeitiges Einfließenlassen in einer Lösung von 6,8 Teilen Natriumacetat und 3,0 Teilen Eisessig in 150 Teilen Wasser gekuppelt, wobei das Einfließen der Lösungen so gesteuert wird, dass der pH-Wert zwischen 4,5 und 5,0 liegt und kein Überschuss an Diazoniumverbindung entsteht. Nachdem die erste Diazoniumlösung zugegeben worden ist, wird die Kupplung mit der zweiten Diazoniumlösung weitergeführt. Nach Beendigung der Kupplung wird die Pigmentaufschlammung auf 70 °C erhitzt, eine Stunde bei dieser Temperatur stehengelassen, dann abfiltriert, gewaschen und getrocknet bei 50 °C.

Die erhaltene Pigmentzusammensetzung zeigt erheblich bessere Flieseigenschaften als ein Vergleichsmaterial, welches in ähnlicher Weise, aber mit der äquivalenten Menge 3-Nitro-4-aminotoluol anstelle des Aminopyridins hergestellt wird. Beim gleichen Vergleichsversuch wie in Beispiel 1 erhält man beispielsweise eine Entleerung der Kugelmühle von 77% gegenüber weniger als 10% für das Vergleichspräparat.

Beispiel 3

Eine Diazoniumlösung wird aus 28,9 Teilen 3-Nitro-4-aminotoluol in der gleichen Weise wie in Beispiel 1 beschrieben hergestellt.

Eine zweite Diazoniumlösung wird aus 2,1 Teilen 2-(p-Aminophenyl)-benzimidazol in einer Lösung von 3,0 Teilen 10 n Salzsäure in 20 Teilen Wasser durch Zugabe von 0,7 Teilen Natriumnitrit bei 0 °C hergestellt.

Eine Kupplungskomponente wird wie in Beispiel 2

beschrieben hergestellt und die Kupplung wird in der genau gleichen Weise wie in Beispiel 2 beschrieben ausgeführt, mit der Ausnahme, dass die zweite Diazoniumlösung vor der ersten zugegeben wird. Die Pigmentzusammensetzung wird erhalten und isoliert wie in Beispiel 2.

Die erhaltene Pigmentzusammensetzung hat erheblich bessere Flieseigenschaften als ein Vergleichsmaterial, welches in ähnlicher Weise erhalten wird, bei dem aber das 2-(p-Aminophenyl)-benzimidazol mit der äquivalenten Menge 3-Nitro-4-amino-toluol ersetzt wird. Beim gleichen Vergleichsversuch wie in Beispiel 1 erhält man beispielsweise eine Entleerung der Kugelmühle von 82% gegenüber weniger als 10% für das Vergleichsmaterial.

Beispiel 4

Eine Pigmentzusammensetzung wird genau wie in Beispiel 1 beschrieben hergestellt, mit der Ausnahme, dass die 1,8 Teile 4,7-Dihydro-5-methyl-7-oxo-1H-2,3-benzo-1,4-diazepin durch 3,0 Teile 2-(4-Acetoacetamino)-phenylbenzimidazol ersetzt werden.

Die erhaltene Pigmentzusammensetzung hat bedeutend bessere Flieseigenschaften und höheren Glanz als das Vergleichsmaterial. Im gleichen Vergleichsversuch wie im Beispiel 1, ergibt sich zum Beispiel eine Entleerung der Kugelmühle von 87% gegenüber weniger als 10% für das Vergleichsmaterial.

Beispiel 5

Eine Diazoniumlösung wird aus 30,4 Teilen 3-Nitro-4-aminotoluol nach der in Beispiel 1 beschriebenen Methode hergestellt.

Eine Kupplungskomponentenlösung wird durch Auflösen von 33,1 Teilen Acetoacetanilid in einer Lösung von 7,8 Teilen Natriumhydroxyd in 400 Teilen Wasser hergestellt.

Eine zweite Kupplungskomponentenlösung wird durch Lösen von 1,8 Teilen 2-Acetoacetaminopyridin in einer Lösung von 0,4 Teilen Natriumhydroxyd in 50 Teilen Wasser hergestellt.

Die Diazoniumlösung und die erste Kupplungskomponentenlösung werden durch gleichzeitiges Einfließenlassen in eine Lösung von 3,0 Teilen Eisessig und 3,3 Teilen Natriumacetat-trihydrat in 500 Teilen Wasser gekuppelt, wobei die Zugabe so gesteuert wird, dass der pH-Wert zwischen 4,5 und 5,0 liegt und kein Überschuss an Diazoniumverbindung entsteht. Wenn die erste Kupplungskomponente vollständig verbraucht ist, wird die Kupplung mit der zweiten Kupplungskomponente weitergeführt. Nach Beendigung der Kupplung wird die Aufschlammung auf 70 °C erhitzt und 1 Stunde bei dieser Temperatur stehen gelassen. Dann wird filtriert, gewaschen und getrocknet bei 50 °C.

Die so erhaltene Pigmentzusammensetzung hat bessere Flieseigenschaften in Applikationssysteme, so ergibt sie zum Beispiel im gleichen Vergleichsversuch, wie in Beispiel 1 beschrieben eine Entleerung der Mühle von 88%, während das Vergleichsmuster bei gleichen Bedingungen derer nur weniger als 10% ergibt.

Beispiel 6

Die Diazoniumverbindung wird aus 149,7 Teilen 3-Nitro-4-aminotoluol in einer Lösung von 239 Teilen 10 n Salzsäure in 1500 Teilen Wasser, durch Zugabe einer Lösung von 70,2 Teilen Natriumnitrit in 500 Teilen Wasser bei einer Temperatur zwischen 0° und 2 °C hergestellt. Die erhaltene Diazoniumlösung wird mit Aktivkohle behandelt, filtriert und mit Wasser bei 0 °C auf 3000 Teile gebracht.

Eine Kupplungskomponente wird aus 168,1 Teilen Acetoacetanilid und 8,7 Teilen 4,7-Dihydro-5-methyl-7-oxo-1H-2,3-benzo-1,4-diazepin durch Auflösen in einer Lösung von 15 Teilen Natriumhydroxyd in 2000 Teilen Wasser hergestellt. Der

pH-Wert der Lösung wird dann durch Zugabe von Essigsäure auf 6,5 eingestellt (saure Reaktion auf Litmus), bevor 32,7 Teile Natriumacetatdihydrat zugegeben werden.

Die Diazoniumlösung wird danach innert 50 Minuten der Kupplungskomponentensuspension zugeleitet, wobei ein Überschuss der Diazoniumverbindung vermieden werden muss. Der pH-Wert wird durch Zugabe einer 1 n Natriumhydroxydlösung zwischen 4,5 und 5,0 gehalten. Die so erhaltene Aufschlämmung wird auf 70 °C erhitzt, 30 Minuten bei dieser Temperatur stehen gelassen, filtriert, salzfrei gewaschen und getrocknet bei 50 °C.

Beim Dispergieren der so erhaltenen Pigmentzusammensetzung in Alkydharz und «White Spirit» erhält man ausgezeichnete Flieseigenschaften und Glanz im Vergleich zu denen die erhalten werden, wenn anstelle des Benzodiazepins die äquivalente Menge Acetoacetanilid eingesetzt wird.

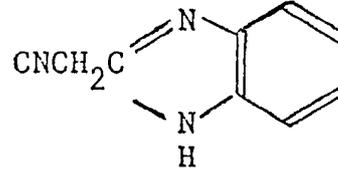
Beispiel 7

Das in Beispiel 6 beschriebene Verfahren wird wiederholt, mit der Ausnahme, dass die Kupplungskomponente aus 159,3

Teilen Acetoacetanilid und 17,4 Teilen 4,7-Dihydro-5-methyl-7-oxo-1H-2,3-benzo-1,4-diazepin hergestellt wird. Bei der Verwendung in einem Alkydharz-Anstrichmedium wird ein ähnliches Resultat beobachtet wie in Beispiel 6 beschrieben.

Beispiel 8

Das in Beispiel 6 beschriebene Verfahren wird wiederholt mit der Ausnahme, dass das Benzodiazepin mit 2-Cyanomethylbenzimidazol



ersetzt wird.

Man erhält in Alkydharz-Anstrichmedien ähnliche Resultate wie die in Beispiel 1 beschriebenen.