



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

219949

(11) (B2)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 209/50
C 09 B 7/08

(22) Přihlášeno 13 03 81

(21) (PV 1844-81)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 13 03 80
(1979/80-8) Švýcarsko

(40) Zveřejněno 30 07 82

(45) Vydáno 15 09 85

(72)

Autor vynálezu IQBAL ABUL dr., ETTINGEN (Švýcarsko)

(73)

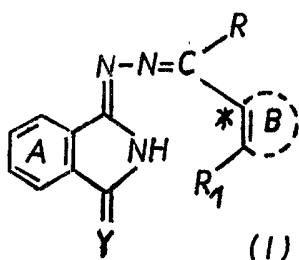
Majitel patentu CIBA-GEIGY AG, BASILEJ (Švýcarsko)

(54) Způsob přípravy 1:1-kovových komplexů isoindolinazinů

1

Vynález se týká způsobu přípravy 1:1-kovových komplexů isoindolinazinů, které jsou vysoce hodnotnými pigmenty pro barvení vysokomolekulárních látek.

Způsobem podle vynálezu se tedy připravují 1:1-kovové komplexy isoindolinazinů obecného vzorce I



v němž

kruh A je popřípadě ještě substituován atomem chloru,

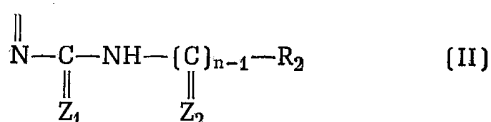
R znamená vodík nebo methylovou skupinu,

B znamená 5- nebo 6-členný heterocyklický zbytek s 1 nebo 2 atomy dusíku nebo s 1 atomem kyslíku a se 3 až 5 atomy uhlíku v heterocyklickém zbytku,

2

R₁ znamená hydroxyskupinu nebo merkaptoskupinu, a

Y znamená zbytek obecného vzorce II nebo obecného vzorce III



nebo



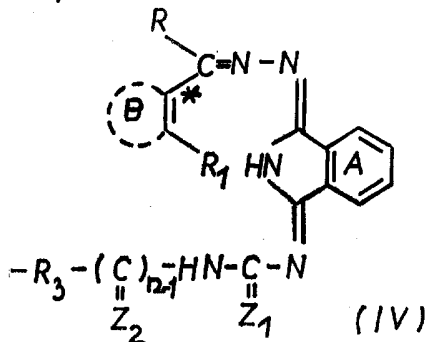
kde

Z₁ a Z₂ znamenají atom kyslíku nebo atomy síry,

n znamená číslo 1 nebo 2 a

R₂ znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, aralkylovou skupinu se 7 až 10 atomy uhlíku nebo arylovou skupinu se 6 až 10 atomy uhlíku, popřípadě substituovanou skupinami ze souboru zahrnujícího atom chloru, atom bromu, nitroskupinu, trifluormethylovou skupinu, karbamoylovou skupinu, sulfamoylovou skupinu,

alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkylsulfamoylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkanoylaminoskupinu se 2 až 6 atomy uhlíku, alkylkarbamoylovou skupinu se 2 až 6 atomy uhlíku, nebo alkoxykarbonylovou skupinu se 2 až 6 atomy uhlíku, popřípadě atomy chloru nebo atomy bromu, nebo methylovými skupinami substituovanou fenoxy skupinu, fenyلكarbamoylovou skupinu nebo fenylsulfamoylovou skupinu, nebo znamená zbytek obecného vzorce IV



v němž

R_3 znamená alkylenovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku nebo arýlenovou skupinu se 6 až 10 atomy uhlíku,

R_2' znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo arýlovou skupinu se 6 až 10 atomy uhlíku.

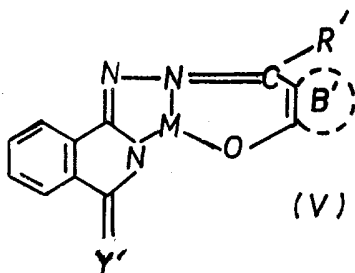
Isoindolinonaziny obecného vzorce I mohou mít jakožto substituenty benzenového zbytku A atomy chloru s výhodou však jsou nesubstituovány.

R znamená s výhodou atom vodíku nebo methylovou skupinu.

B znamená pětičlenný až šestičlenný heterokruh obsahující k atomu uhlíku *C v beta-poloze atom dusíku nebo kyslíku a popřípadě atom dusíku, kyslíku nebo síry, jako další heteroatom a anelovaný benzenový kruh nebo heterocyklický kruh. B znamená například kruh pyrazolový, pyridinový, pyrimidinový, chinolinový nebo kumarinový.

R_1 znamená s výhodou hydroxylovou skupinu.

Je-li R_2 nebo R_2' znamená alkylovou s 1 až 4 atomy uhlíku. Je-li R_2 nebo R_2' znamená arýlovou skupinu, je to například skupina naftyllová a zvláště skupina fenyllová. Výhodnými jsou kovové komplexy obecného vzorce V



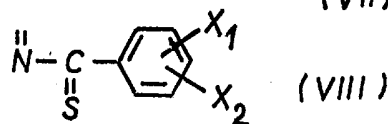
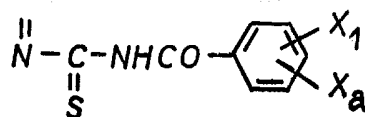
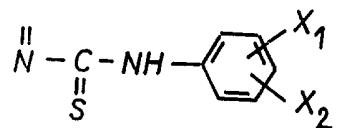
kde znamená

M atom niklu nebo mědi

R' atom vodíku nebo methylovou skupinu,

B' pyrazolovou, pyrimidinovou, chinolinovou nebo kumarinovou skupinu a

Y' skupinu obecného vzorce VI, VII nebo VIII



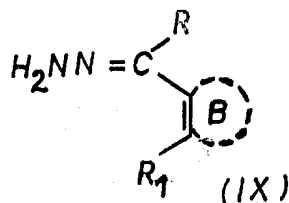
příčemž

X_1 znamená atom vodíku, chloru nebo bromu, nitroskupinu, trifluormethylovou skupinu, karbamoylovou nebo sulfamoylovou skupinu, alkylovou skupinu, alkoxy skupinu nebo alkylsulfamoylovou skupinu vždy s 1 až 4 atomy uhlíku, alkanoylaminoskupinu, alkylkarbamoylovou skupinu nebo alkoxykarbonylovou skupinu vždy s 2 až 6 atomy uhlíku, popřípadě atomem bromu nebo chloru nebo methylenovými skupinami substituovanou fenoxy skupinu, fenyلكarbamoylovou skupinu nebo fenylsulfamoylovou skupinu a

X_2 znamená atom vodíku, chloru nebo bromu, alkylovou skupinu nebo alkoxy skupinu vždy s 1 až 4 atomy uhlíku.

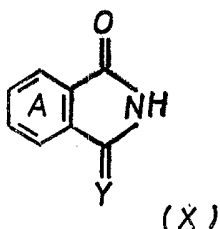
Obecné vzorce I a V představují jednu z různých isomerních forem.

1:1-kovové komplexy isoindolinazinů obecného vzorce I se podle tohoto vynálezu připravují tím, že se hydrazon obecného vzorce IX



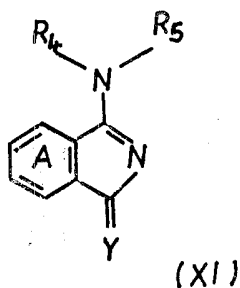
v němž

R, R₁ a B mají shora uvedený význam, zahřívá v přítomnosti činidel odevzdávajících kov v polárním organickém rozpouštědle s isoindolinonem obecného vzorce X



v němž

Y a A mají shora uvedené významy, nebo s aminoisoindoleninem obecného vzorce XI

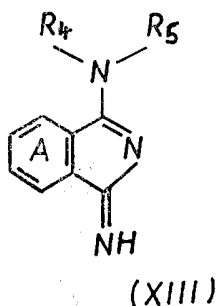


v němž

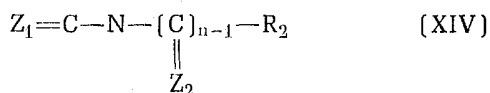
R₄ a R₅ znamenají atom vodíku, alkylovou skupinu, arylovou skupinu nebo heteroarylovou skupinu nebo R₄ a R₅ znamenají společně s atomem dusíku heterocyklický pětičlenný nebo šestičlenný kruh a

A a Y mají shora uvedený význam, na teploty 100 až 200 °C.

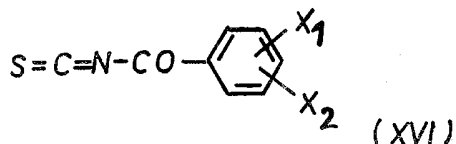
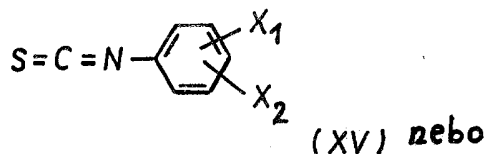
Sloučenina obecného vzorce XI se získá reakcí aminominoisoindoleninu obecného vzorce XIII



kde A, R₄ a R₅ mají shora uvedený význam, se sloučeninou obecného vzorce XIV

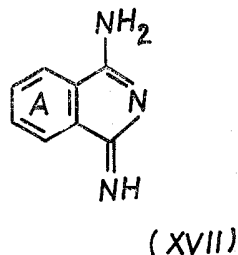


kde R₂, Z₁, Z₂ a n mají uvedený význam, zvláště s isothiookyanáty obecného vzorce XV nebo XVI

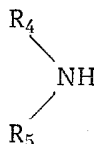


kde X₁ a X₂ mají shora uvedený význam.

Sloučenina obecného vzorce XIII se získá reakcí aminoiminoisoindoleninu obecného vzorce XVII



s aminem obecného vzorce



kde R₄ a R₅ mají uvedený význam.

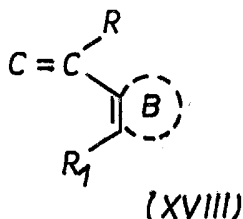
Pokud R₄ a R₅ znamenají alkylové skupiny, mají tyto skupiny s výhodou 1 až 6 atomů uhlíku. Jestliže R₆ znamená arylovou skupinu, znamená s výhodou fenylovou skupinu substituovanou popřípadě atomy chloru, alkylovými skupinami nebo alkoxy skupinami vždy s 1 až 4 atomy uhlíku. Jakožto příklady aminoiminoisoindolinonů se uvádějí sloučeniny uvedené na str. 5 britského patentového spisu číslo 1 465 595.

Jakožto příklady sloučenin obecného vzorce XIV lze uvést:

methyloisokyanát,
ethyloisokyanát,
n-propyloisokyanát,
isopropyloisokyanát,
n-butyloisokyanát,
isobutyloisokyanát,
cyklohexyloisokyanát,
fenyloisokyanát,
N-o, m- nebo p-chlorfenyloisokyanát,

N-o, m- nebo p-methylfenylisokyanát,
 N-o, m- nebo p-methoxyfenylisokyanát,
 N- α -naftylisokyanát,
 acetylisokyanát,
 propionylisokyanát,
 butyrylisokyanát,
 benzoylisokyanát,
 methylisothiokyanát,
 ethylisothiokyanát,
 n-propylisothiokyanát,
 isopropylisothiokyanát,
 n-butyliisothiokyanát,
 tolyldiisothiokyanát,
 N-o-, m- nebo p-chlorbenzoylisothiokyanát,
 N-o-, m- nebo p-methylbenzoylisothiokyanát,
 N- α -naftylisothiokyanát,
 N-o-, m- nebo p-chlorfenylisothiokyanát,
 N-o-, m- nebo p-methylfenylisothiokyanát,
 N-o-, m- nebo p-methoxyfenylisothiokyanát,
 N- α -naftylisothiokyanát,
 1,4-fenyldiisokyanát,
 1,4-fenyldiisothiokyanát,
 tolyldiisokyanát,
 cyklohexylisothiokyanát,
 fenylisothiokyanát.

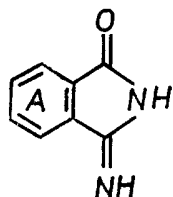
Hydrazony obecného vzorce IX se získají o sobě známým způsobem reakcí oxosloučenin obecného vzorce XVIII



kde R, R₁ a B mají shora uvedený význam nebo jeho iminu nebo zvláště anilu s hydrazinhydrátem.

Jakožto příklady oxosloučenin obecného vzorce XVIII se uvádějí na straně 11 a 12 britského patentového spisu číslo 1 467 596 uvedené aldehydy a ketony a dále 2-formyl-5,5-dimethylcyklohexan-1,3-dion a 1-fenyl-3-methyl-4-formyl-5-merkaptopyrazol.

Isoindolinony obecného vzorce X, které se používají jako výchozí látky, se získají reakcí iminoisoindolinonu obecného vzorce



kde A má shora uvedený význam, se sloučeninou obecného vzorce XIV.

Jakožto prostředků odevzdávajících kov

se používá s výhodou solí zinku, kadmia, kobaltu, železa, zvláště však solí mědi a niklu, popřípadě směsi solí takových kovů. Účelně se používá mravenčanů, octanů nebo stearátů těchto kovů.

Reakce se provádí v polárním rozpouštědle, zvláště v rozpouštědle hydrofilní povahy, jako jsou například amidy, například dimethylformamid, formamid, dimethylacetamid, nebo jako je N-methylpyrrolidon, dále jako jsou dimethylsulfoxid, acetonitril nebo alkohol, jako například ethylcellosolve. Může se také používat směsí polárních rozpouštědel.

Reakční teplota je účelně 100 až 200 °C.

Izolace získaných kovových komplexů se provádí obvykle filtrací. Odsátý materiál se dobře promyje rozpouštědlem. Pigment se získá ve vynikajícím výtěžku a ve vynikající čistotě. Může se ho bez dalšího čištění použít v jemně rozptýlené formě k barvení vysokomolekulárních organických materiálu, jako jsou například estery a etheru celulózy, jako ethylcelulóza, acetylcelulóza, nitrocelulóza, dále jako jsou polyamidy, popřípadě polyurethany nebo polyesteru, přírodní pryskyřice nebo syntetické pryskyřice, jako jsou například aminoplasty, zvláště pak močovinoformaldehydové a melaminoformaldehydové pryskyřice, alkydové pryskyřice, fenoplasty, polykarbonáty, polyolefiny, jako jsou polystyren, polyvinylchlorid, polyethylen, polypropylen, polyakrylonitril, ester polyakrylové kyseliny, termoplastické nebo teplem tvrditelné pryskyřice akrylové, kaučuk, kasein, silikon, silikonové pryskyřice, a to vždy jednotlivě nebo ve směsích.

Uvedené vysokomolekulární sloučeniny mohou být ve formě plastických hmot, tavenin nebo ve formě vláknovatelných roztoků, laků nebo tiskových barev. Vždy podle účelu použití se ukázalo také jako účelné používat pigmentů jako tónovačů nebo ve formě přípravků.

Pigment může být ve formě, ve které se získá při syntéze, nebo se může používat v jemné mleté formě a pak poskytuje opakní vybarvení. Může se však také podrobit intenzivnímu mletí a pak se získají transparentní vybarvení, jako například barevně silné efektní kovové laky.

Pigmenty v lacích se vyznačují příznivými tokovými charakteristikami.

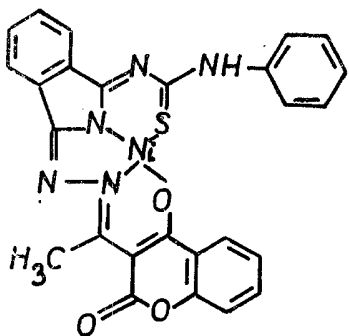
Získaná vybarvení například v plastických hmotách, vláknech a lacích se vyznačují velkou barevnou silou, vysokou čistotou odstínu vybarvení, dobrou dispergovatelností, dobrou stálostí při přelakování, odolností proti migraci, proti teplu a světlu a proti působení povětrnostních vlivů a také dobrým leskem.

V následujících příkladech, které vynález objasňují, jsou procenta míněna hmotnostně a teploty jsou uváděny ve stupních °C.

Příklad 1

1,09 g [0,005 molu] 3-Acetyl-4-hydroxyku-marinhydrazonu a 1,31 g [0,00525 molu] tetrahydrátu octanu niklu se suspenduje v 40 ml ethylcellosolve. Suspenze se zahřeje na 60 °C, přidá se 1,41 g [0,005 molu] 1-fenylthiokarbamoyliminoisoindolinonu-3, připraveného z fenylisothiokyanátu a z 1-iminoisoindolinonu-3.

Reakční směs se zahřeje na teplotu 120 stupňů Celsia a při této teplotě se míchá po dobu dvou hodin. Kovový komplex vypadne v tak husté formě, že se mezi tím musí zředit ethylcellosolve. Po uplynutí reakční doby dvou hodin se ochladí na teplotu 100 °C a odfiltruje se za horka. Odsátá látka se promyje ethylcellosolve a lihem a suší se přes noc ve vakuu při teplotě 80 °C. Tak se získá 2,5 g (92,9 % teorie) 1:1-komplexu niklu vzorce



Elementární analýza: $C_{26}H_{17}N_5O_3SNi$,
molekulová hmotnost 538,23

vypočteno:

C 58,02 %, H 3,18 %, N 13,01 %, S 5,96 %, Ni 10,91 %, nalezeno:

C 58,00 %, H 3,1 %, N 13,1 %, S 6,2 %, Ni 10,9 %.

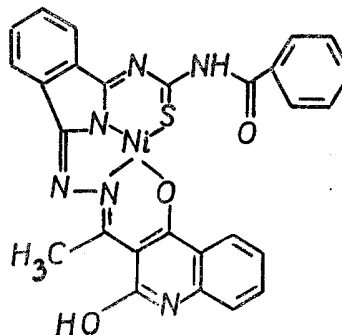
Uvedený pigment vybarvuje plastické hmoty a laky na červené odstíny vynikající stálostí.

Příklad 2

Suspenduje se 1,09 g (0,005 molu) 3-acetyl-2,4-dihydroxychinolinhydrazonu a 1,31 g (0,00525 molu) tetrahydrátu acetátu niklu v 40 ml ethylcellosolve, vzniklá suspenze se zahřeje na teplotu 60 °C a pak se přidá 1,55 gramu (0,005 molu) 1-benzoylthiokarbamoylimino-3-oxo-isoindolinu, připraveného z benzoylisothiokyanátu a 1-imino-3-oxoisoindolinu.

Reakční směs se zahřeje za míchání na teplotu 120 °C a míchá se při této teplotě po dobu dvou hodin. Po uplynutí reakční do-

by se ochladí na 100 °C a za horka se filtruje. Odsátá látka se promyje ethylcellosolve a ethanolem a suší se přes noc ve vakuu při teplotě 80 °C. Tímto způsobem se získá 2,3 g (81 % teorie) červeného komplexu kovu vzorce



Mikroanalýza: $C_{27}H_{18}N_6O_3SNi$,
molekulová hmotnost 565

vypočteno:

57,34 % C, 3,18 % H, 14,86 % N, 5,66 % S, 10,39 % Ni,

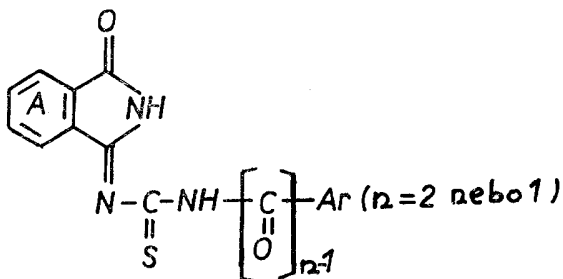
nalezeno:

57,7 % C, 3,1 % H, 14,9 % N, 5,7 % S, 10,6 % Ni.

Uvedený pigment vybarvuje plastické hmoty a laky na červené odstíny vynikající stálostí.

Příklad 3 až 14

Obdobným způsobem jako podle příkladu 1 a 2 se získají další 1:1-niklové komplexy, jestliže se kondenzuje hydrazon ve sloupci 2 tabulky 1 uvedené oxosloučeniny s isoindolinonem vzorce



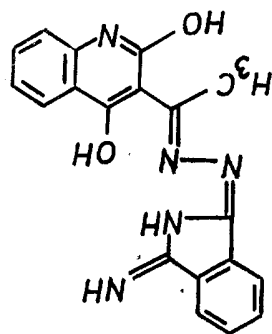
který se získá kondenzací ve sloupci 3 uvedeného 3-iminoisoindolinonu s isothiokyanátovou sloučeninou uvedenou ve sloupci 4. Ve sloupci 5 je uveden odstín v polyvinylchloridu (PVC).

Tabulka I

Příklad číslo	Oxosloučenina	Isoindolinon	$S=C=N-\overset{\overset{O}{\parallel}}{\underset{\underset{O}{\parallel}}{C}}-Ar_{n-1}$ (n = 2 nebo 1)	Odstín v PVC
3	2-fenyl-5-acetyl-4,6-dihydroxypyrimidin	1-iminoisoindolinon-3	fenylisothiokyanát	oranžový
4	3-acetyl-2,4-dihydroxychinolin	1-iminoisoindolinon-3	fenylisothiokyanát	červený
5	5-acetyl-2,4,6-trihydroxypyrimidin	1-iminoisoindolinon-3	fenylisothiokyanát	oranžový
6	1-p-chlorfenyl-3-methyl-4-acetylpyrazolon-5	1-iminoisoindolinon-3	fenylisothiokyanát	červený
7	1-p-chlorfenyl-3-methyl-4-acetylpyrazolon-5	1-iminoisoindolinon-3	fenylisothiokyanát	červený
8	3-acetyl-2,4-dihydroxychinolin	1-iminoisoindolinon-3	p-chlorbenzoylisothiokyanát	červený
9	3-acetyl-2,4-dihydroxychinolin	1-iminoisoindolinon-3	p-tolylisothiokyanát	červený
10	3-acetyl-2,4-dihydroxychinolin	1-iminoisoindolinon-3	p-chlorfenylisothiokyanát	červený
11	3-acetyl-4-hydroxykumarin	1-iminoisoindolinon-3	3,4-dichlorfenylisothiokyanát	oranžový
12	3-acetyl-4-hydroxykumarin	1-iminoisoindolinon-3	p-methoxyfenylisothiokyanát	šarlatový
13	3-acetyl-4-hydroxykumarin	1-iminoisoindolinon-3	p-methoxybenzoylisothiokyanát	oranžový
14	1-fenyl-3-methyl-4-formyl-5-merkaptopyrazol	1-iminoisoindolinon-3	3-chlor-4-methyl-benzoylisothiokyanát	červený
15	3-acetyl-4-hydroxykumarin	1-imino-5,6-dichlorisoindolinon-3	3-trifluormethylfenylisothiokyanát	červený

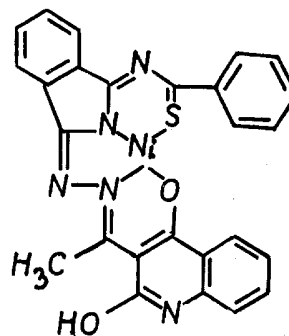
Příklad 16

2,07 g (0,006 molu) sloučeniny vzorce



připravené z 1,3-diiminoisoindolinu a 3-acetyl-2,4-dihydroxychinolinhydrazonu, 1,5 g (0,006 molu) tetrahydrátu octanu niklu a 0,85 g (0,006 molu) thiobenzamidu se suspenduje v 60 ml dimethylformamidu a pak se zahřeje na teplotu 110 °C. Směs se nechá reagovat při této teplotě po dobu jedné hodiny. Pak se ochladí na teplotu 80 °C a filtruje se. Odsátá látka se promyje dimethylformamidem a ethanolem a suší se přes noc ve vakuu při teplotě 80 °C.

Tak se získá 2,82 g (90 % teorie) 1:1-komplexu niklu vzorce (brán zřetel jen na možné isomerní, popřípadě tautomerní formy)



ve formě hnědého prášku.

Mikroanalýza: $C_{26}H_{17}N_5O_2S$ Ni, molekulová hmotnost 522,2

vypočteno:

59,80 % C, 3,28 % H, 13,41 % N, 6,14 % S, 11,24 % Ni,

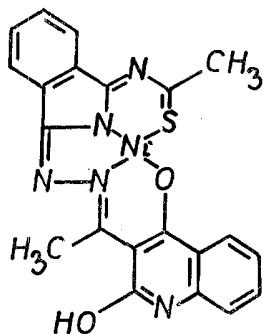
nalezeno:

59,46 % C, 3,5 % H, 13,82 % N, 5,7 % S, 11,3 % Ni.

Uvedený komplex barví plastické hmoty a laky na hnědé odstíny s vynikající stálostí.

Příklad 17

Jestliže se použije při způsobu podle příkladu 21 místo thiobenzamidu použije thioacetamidu získá se při obdobném postupu 1:1-komplex niklu následujícího složení (v úvahu brána jedna z možných isomerních, popřípadě tautomerních forem)



ve formě červenohnědého prášku.

Mikroanalýza: $C_{21}H_{15}N_5O_2SNi$,
molekulová hmotnost 460,2

vypočteno:

54,81 % C, 3,29 % H, 15,22 % N, 6,97 % S,
12,76 % Ni,

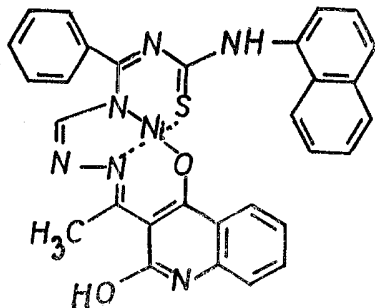
nalezeno:

54,6 % C, 3,5 % H, 15,5 % N, 6,7 % S,
12,6 % xi.

Příklad 18

Suspenduje se 1,09 g (0,005 molu) 3-acetyl-2,5-dihydroxichinolinhydrazonu a 1,31 g (0,00525 molu) tetrahydrátu octanu niklu ve 100 ml dimethylformamidu, vzniklá suspenze se zahřeje na teplotu 60 °C a přidá se 1,66 g 1- α -naftylthiokarbamoylimino-3-oxoisoindolinu připraveného z 2-naftylisothio- kyanátu a 1-imino-3-oxoisoindolinu.

Reakční směs se zahřeje za míchání na teplotu 120 °C a míchá se při této teplotě po dobu dvou hodin. Po uplynutí reakční doby se ochladí na 100 °C a za horka se filtruje. Odsátá látka se promyje dimethylformamidem a ethanolem a suší se přes noc ve vakuu při teplotě 80 °C. 2,8 g (96 % teorie) červeného kovového komplexu vzorce



Mikroanalýza: $C_{30}H_{20}N_6O_2SNi$,
molekulová hmotnost 587

vypočteno:

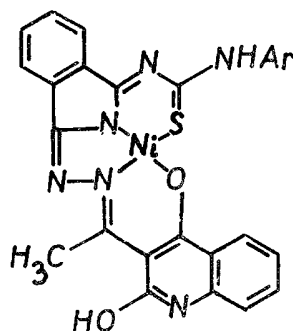
61,4 % C, 3,4 % H, 14,3 % N, 5,5 % S,
9,7 % Ni,

nalezeno:

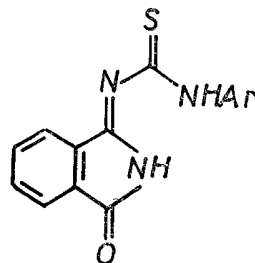
61,3 % C, 3,1 % H, 14,5 % N, 6,1 % S,
10,0 % Ni.

Příklad 19 až 25

Obdobným způsobem jako je popsáno v příkladu 18 se získají další 1:1-komplexy niklu vzorce



jestliže se kondenzuje 3-acetyl-2,4-dihydroxichinolinhydrazon v přítomnosti octanu niklu s isoindolinonem vzorce

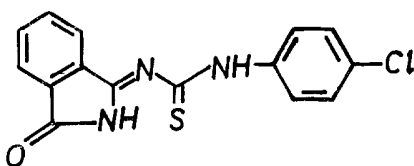


který se získá kondenzací 1-imino-3-oxoisoindolinu s isothiakykanátovou sloučeninou uvedenou ve sloupci 2 tabulky. Ve sloupci 3 je uveden odstín kovového komplexu v polyvinylchloridu (PVC).

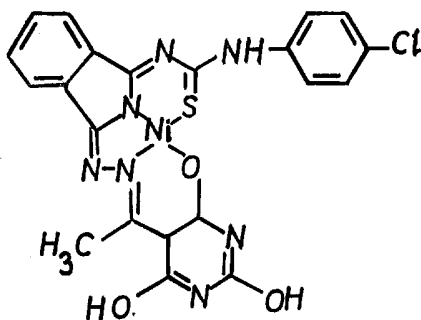
Příklad číslo	SCN—Ar	Odstín v PVC
19	m-trifluormethylfenyliso-thiokyanát	modročervený
20	p-nitrofenylisothiokyanát	modročervený
21	p-fenoxyfenylisothiokyanát	modročervený
22	p-acetylaminofenylisothiokyanát	šarlatový
23	4'-chlorbenzoylaminofenylisothiokyanát	šarlatový
24	benzoylisothiokyanát	červený

Příklad 25

1,58 g (0,005 molu) sloučeniny vzorce



připravená z 1-imino-3-oxo-isoindolinu a p-chlorfenylisokyanátu, 1,31 g (0,00525 molu) tetrahydrátu octanu niklu a 0,92 g (0,005 molu) 5-acetyl-2,4,6-trihydroxypyrimidinhydrazonu se dobře rozmíchá 70 ml ethylcellosolve a pak se zahřeje na teplotu 110 stupňů Celsia. Směs se míchá při této teplotě po dobu dvou a půl hodin, pak se ochladí na 80 °C a zfiltruje se. Odsátá látka se promyje ethylcellosolve a ethanolom a suší se přes noc ve vakuu při teplotě 80 °C. Tímto způsobem se získá 2,6 g (96,5 % teorie) kovového komplexu následujícího složení (v úvahu brána jedna z možných isomerních, popřípadě tautomerních forem)



Mikroanalýza: $C_{21}H_{14}ClN_7O_3SNi$,
molekulová hmotnost 538,6

vypočteno:

46,83 % C, 2,62 % H, 18,20 % N, 5,95 % S,
6,58 %, 10,90 % Ni,

nalezeno:

46,5 % C, 2,6 % H, 18,3 % N, 5,9 % S,
6,4 %, 11,0 % Ni.

Uvedený komplex barví plastické hmoty a laky na čisté oranžové odstíny s vynikající stálostí.

Příklad 26

Do laboratorního hnětáku o obsahu 250 objemových dílů se předloží 25 dílů způsobem podle příkladu 2 vyrobeného pigmentu 100 dílů jemně mletého chloridu sodného a 30 dílů diacetonalkoholu. Směs se hněte po dobu 5 hodin za chlazení a vnese se do 4000 dílů vody. Chlorid sodný a diaceton přejdou do roztoku, pigment vypadne. Suspenze se zfiltruje, odsátá látka se důkladně promyje vodou a usuší se ve vakuové sušárně při teplotě 80 °C.

Příklad 27

65 dílů stabilizovaného polyvinylchloridu, 35 dílů dioktylfthalátu a 0,02 dílů způsobem podle příkladu 16 připraveného pigmentu se navzájem smíchá a válcuje se na dvouválcovém kalandru po dobu 7 minut při teplotě 140 °C. Získá se červeně vybarvená fólie s velmi dobrou stálostí proti působení světla a proti migraci.

Příklad 28

10 g oxidu titaničitého a 2 g způsobem podle příkladu 2 připraveného pigmentu se mele v kulovém mlýnu po dobu 48 hodin s 88 g směsí sestávající z 26,4 g alkydové pryskyřice mastných kyselin kokosového tuku z 24,0 g melaminformaldehydové pryskyřice (obsah pevných látek 50 %), z 8,8 g ethylenglykolmonomethyletheru a z 28,8 g xylenu.

Jestliže se tento lak nastříká na hliníkovou fólii, předsuší se po dobu 30 minut při teplotě místnosti a pak se vypaluje po dobu 30 minut při teplotě 120 °C, získá se červený lak, který se vyznačuje dobrou silou barvy a velmi dobrou stálostí při přelakování, proti působení světla a povětrnostních vlivů.

Příklad 29

4 díly jemně mletého pigmentu podle příkladu 16 se vmíchají do 20 dílů rozpouštědla tohoto složení: 50 dílů Solvesso 150 (je to směs aromatických uhlovodíků), 15 dílů butylacetátu, 5 dílů Exkinu II (rozlivový prostředek na ketomixové bázi), 25 dílů methylisobutylketonu a 5 dílů silikonového oleje (1 % v Solvesso 150).

Jakmile se dosáhne dokonalého jemného rozptýlení (podle druhu míchání za 15 až 60 minut), přidá se pojídlo, a to 48,3 díly Baycrylu L 530 (to je akrylová pryskyřice) (51 % v systému xylenu/butanolu v poměru 3 : 1) a 23,7 dílů Maprenalu TTX (melaminová pryskyřice) (55 % v butanolu).

Po krátké homogenizaci se lak o sobě známými způsoby jako je stříkání nebo máčení nanáší nebo se nanáší zvláštním způsobem pro kontinuální povrstvování kovových plechů označovaných jako „Coil-Coating“ a vypálí se (vypalování při teplotě 130 °C po dobu 30 minut). Získaný červený

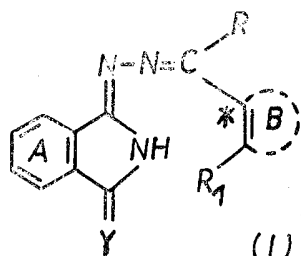
lak se vyznačuje velmi dobrým rozlivem, vysokým leskem a vynikajícím jemným rozptýlením pigmentu a také vynikající stálostí proti působení povětrnostních vlivů.

Příklad 30

Jestliže se postupuje způsobem podle příkladu 16, do hnětené hmoty se však přidá 2,78 dílů pryskyřice Staybelit (Hercules), získá se pigment, obsahující 10 % pryskyřice, který se vyznačuje snadno zpracovatelností a lepší rozptýlitelností.

PREDMĚT VYNALEZU

1. Způsob přípravy 1:1-kovových komplexů isoindolinazinů obecného vzorce I



v němž

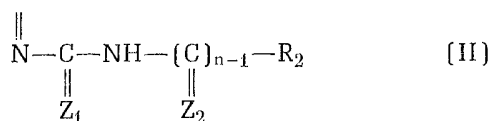
kruh A je popřípadě ještě substituován atomem chloru,

R znamená vodík nebo methylovou skupinu,

B znamená 5- nebo 6-členný heterocyklický zbytek s 1 nebo 2 atomy dusíku nebo s 1 atomem kyslíku a se 3 až 5 atomy uhlíku v heterocyklickém zbytku,

R₁ znamená hydroxyskupinu nebo merkaptoskupinu, a

Y znamená zbytek obecného vzorce II nebo obecného vzorce III



nebo



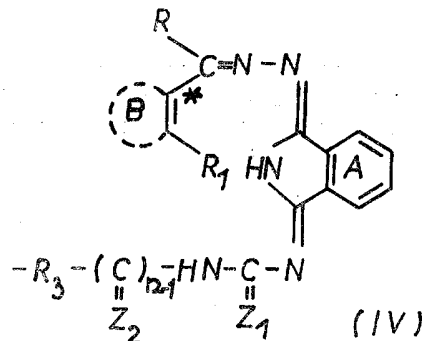
kde

Z₁ a Z₂ znamenají atom kyslíku nebo atomy síry,

n znamená číslo 1 nebo 2 a

R₂ znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, aralkylovou skupinu se 7 až 10 atomy uhlíku nebo arylovou skupinu s 6 až 10 atomy uhlíku, popřípadě substi-

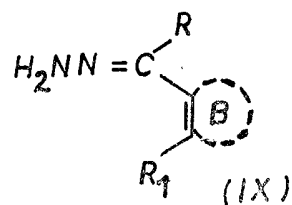
tuovanou skupinami ze souboru zahrnujícího atom chloru, atom bromu, nitroskupinu, trifluormethylovou skupinu, karbamoylovou skupinu, sulfamoylovou skupinu, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxykupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkylsulfamoylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkanoylaminoskupinu se 2 až 6 atomy uhlíku, alkylkarbamoylovou skupinu se 2 až 6 atomy uhlíku, nebo alkoxykarbonylovou skupinu se 2 až 6 atomy uhlíku, popřípadě atomy chloru nebo atomy bromu nebo methylovými skupinami substituovanou fenoxyskupinu, fenylkarbamoylovou skupinu nebo fenylsulfamoylovou skupinu, nebo znamená zbytek obecného vzorce IV



v němž

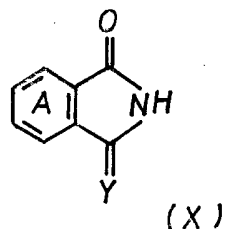
R₃ znamená alkylenovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku nebo arylenovou skupinu se 6 až 10 atomy uhlíku,

R₂' znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo arylovou skupinu se 6 až 10 atomy uhlíku, vyznačující se tím, že se hydrazon obecného vzorce IX



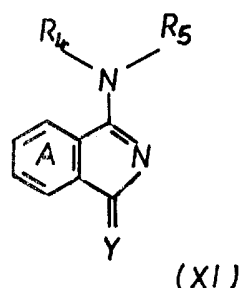
v němž

R, R₁ a B mají shora uvedený význam, zahřívá v přítomnosti činidel odevzdávajících kov v polárním organickém rozpouštědle s isoindolinonem obecného vzorce X



v němž

Y a A mají shora uvedené významy, nebo s aminoisoindoleninem obecného vzorce XI



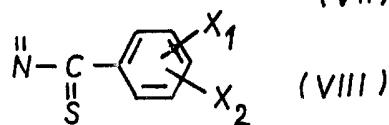
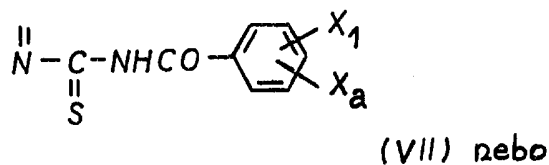
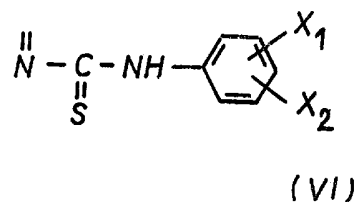
v němž

R₄ a R₅ znamenají atom vodíku, alkylovou skupinu, arylovou skupinu nebo heteroarylovou skupinu nebo R₄ a R₅ znamenají společně s atomem dusíku heterocyklický pětičlenný nebo šestičlenný kruh a

A a Y mají shora uvedený význam, na teploty 100 až 200 °C.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se jako výchozí látky používá isoindolinon obecného vzorce X nebo aminoisoindoleninu obecného vzorce XI, v nichž

Y znamená zbytek obecného vzorce VI, VII nebo VIII



příčemž

X₁ znamená atom vodíku, atom chloru, atom bromu, nitroskupinu, trifluormethylovou skupinu, karbamoylovou skupinu, sulfamoylovou skupinu, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxykupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkylsulfamoylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkanoylamínoskupinu se 2 až 6 atomy uhlíku, alkylkarbamoylovou skupinu se 2 až 6 atomy uhlíku nebo alkoxykarbonylovou skupinu se 2 až 6 atomy uhlíku, popřípadě atomy chloru nebo atomy bromu nebo methylovými skupinami substituovanou fenoxyskupinu, fenylkarbamoylovou skupinu nebo fenylsulfamoylovou skupinu a

X₂ znamená atom vodíku, atom chloru, atom bromu, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkoxykupinu s 1 až 4 atomy uhlíku.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se jako činidel odevzdávajících kov používá soli niklu.