



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT  
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>: C 08 K 5/35  
// C 09 B 57/00

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



⑫ PATENTSCHRIFT A5

628 659

⑯ Gesuchsnummer: 2491/77

⑬ Inhaber:  
Hoechst Aktiengesellschaft, Frankfurt a.M. 80  
(DE)

⑭ Anmeldungsdatum: 28.02.1977

⑭ Erfinder:  
Wolfgang Teige, Kelkheim/Taunus (DE)  
Dr. Rudolf Schickfluss, Frankfurt a.M. (DE)

⑮ Priorität(en): 02.03.1976 DE 2608481

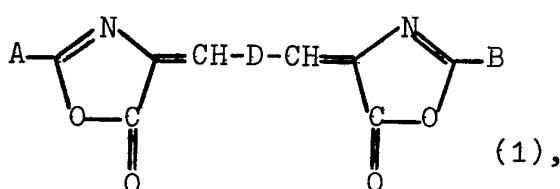
⑯ Patent erteilt: 15.03.1982

⑰ Patentschrift  
veröffentlicht: 15.03.1982

⑱ Vertreter:  
Brühwiler & Co., Zürich

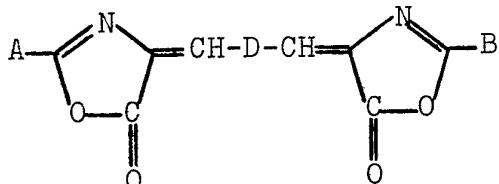
⑲ Verfahren zum Färben von wasserunlöslichen, thermoplastischen Polymerisaten und Polykondensaten in der Masse.

⑳ Wasserunlösliche, thermoplastische Polymerisate und Polykondensate werden in der Masse mit Farbstoffen der Formel 1 gefärbt. Die Symbole in Formel 1 haben die im Anspruch 1 angegebene Bedeutung. Die Färbung kann durch Zusammenbringen von Farbstoff und thermoplastischem Material oder bei Polykondensaten durch Zusetzen des Farbstoffes zu den Kondensationsausgangsstoffen erfolgen.



## PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zum Färben von wasserunlöslichen, thermoplastischen Polymerisaten und Polykondensäten in der Masse, dadurch gekennzeichnet, dass man die genannten thermoplastischen Materialien vor ihrer endgültigen Formgebung mit einem Azlactonfarbstoff der Formel 1



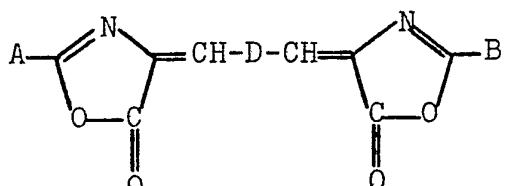
in welcher A und B gleiche oder verschiedene Naphthylreste und/oder Phenylreste bedeuten, die durch Halogenatome, Alkyl<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub>, Alkoxy<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub>, Nitro-, Cyano-, -C-O-Alkyl<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub> und/



oder Acyloxygruppen substituiert sein können, D einen Naphthyl- oder Phenylrest darstellt, der durch Halogenatome, Alkyl<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub> und/oder Alkoxy<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub> Gruppen substigenannten Formel 1 in der Masse färbt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Farbstoffe auf fertiges Polymerisat oder Polykondensat aufbringt und dieses anschliessend zur endgültigen Vermischung und Verformung einem Schmelzprozess unterwirft.

3. Verfahren zum Färben von wasserunlöslichen, thermoplastischen Polykondensäten in der Masse, dadurch gekennzeichnet, dass man den Ausgangsstoffen bei der Kondensation zur Herstellung der Polykondensate einen Azlactonfarbstoff der Formel 1

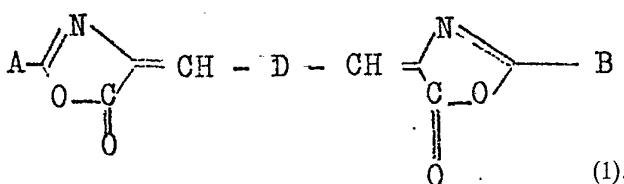


in welcher A und B gleiche oder verschiedene Naphthylreste und/oder Phenylreste bedeuten, die durch Halogenatome, Alkyl<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub>, Alkoxy<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub>, Nitro-, Cyano-, -C-O-Alkyl<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub> und/



oder Acyloxygruppen substituiert sein können, D einen Naphthyl- oder Phenylrest darstellt, der durch Halogenatome, Alkyl<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub> und/oder Alkoxy<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub> Gruppen substituiert sein kann, oder ein Gemisch aus Farbstoffen der genannten Formel 1 zugibt.

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Färben von wasserunlöslichen, thermoplastischen Polymerisaten und Polykondensäten in der Masse, wobei man die genannten thermoplastischen Materialien vor ihrer endgültigen Formgebung mit einem Azlactonfarbstoff der Formel (1)



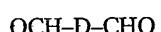
in welcher A und B gleiche oder verschiedene Naphthylreste und/oder Phenylreste bedeuten, die durch Halogenatome, vorzugsweise Chlor- oder Bromatome, Alkyl<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub>, Alkoxy<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub>, Nitro-, Cyano-, -C-O-Alkyl<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub> und/oder Acyloxygruppen, wie bei-



spielsweise Alkyl<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub>CO-O-Gruppen oder die Benzyloxy- oder Toluyloxygruppe, substituiert sein können, D einen Naphthyl- oder Phenylrest darstellt, der durch Halogenatome, vorzugsweise Chlor- oder Bromatome, Alkyl<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub> und/oder Alkoxy<sub>C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub></sub> Gruppen substituiert sein kann, oder mit einem Gemisch aus Farbstoffen der genannten Formel (1) in der Masse färbt.

An wasserunlöslichen, thermoplastischen Polymerisaten bzw. Polykondensaten, die erfindungsgemäss gefärbt werden können, seien Polystyrol, Polyamid, Polymethacrylat, weichmacherfreies Polyvinylchlorid und insbesondere lineare Polyester, wie beispielsweise Polyäthylenglykolterephthalat, genannt.

Die erfindungsgemäss verwendeten Farbstoffe der Formel (1) können nach dem von P. Ruggli und O. Schetty (Helv. Chim. Acta 23, 718 (1940) und in der deutschen Offenlegungsschrift 2 031 133 beschriebenen Verfahren erhalten werden, indem man Bisaldehyde der Formel (2)



(2)

mit Hippursäuren (Aroylglycinen) der Formeln



unter Wasserabspaltung kondensiert.

In den Formeln 2, 3 und 3a besitzen A, B und D die vorstehend genannten Bedeutungen, wobei die Bedeutung von A und B in der Regel gleich ist, jedoch auch verschieden sein kann.

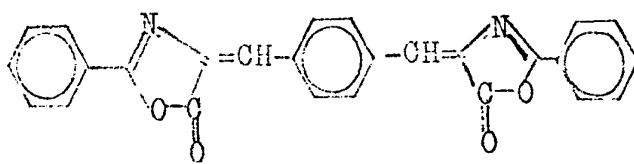
Die hier beschriebenen Azlactonfarbstoffe eignen sich besonders für die Massefärbung, insbesondere die Spinnfärbung, weil sie überraschenderweise eine hervorragende Thermostabilität bis zu Temperaturen von 300°C aufweisen.

Zur Durchführung des erfindungsgemässen Verfahrens können die obengenannten Farbstoffe beispielsweise den Ausgangsstoffen bei der Kondensation zur Herstellung der Polykondensate, wie Polyester, zugesetzt werden. Ebenso ist es für die Herstellung der Färbungen möglich, die Farbstoffe auf die fertigen, noch nicht verformten Polymerisate bzw. Polykondensate, wie beispielsweise Polyestermaterialien aufzubringen, beispielsweise durch Aufpudern oder Vermischen, und das so behandelte Material dann einem Schmelzprozess zur endgültigen Vermischung und Formgebung zu unterwerfen. Zur Formgebung können die in dieser Weise gefärbten Polymerisate bzw. Polykondensate, wie beispielsweise Polyestermaterialien, aus der Schmelze auf den üblichen Anlagen beispielsweise zu Fäden versponnen, zu Folien gezogen oder durch Spritzen in eine bestimmte Form gebracht werden.

Der Farbstoffgehalt der erfindungsgemäss gefärbten Materialien richtet sich nach der gewünschten Farbtiefe. Im allgemeinen werden Farbstoffmengen zwischen etwa 0,05 und 3 % bezogen auf das Gewicht des thermoplastischen Materials, eingesetzt. Mit den zur Anwendung gelangenden Farbstoffen erhält man nach den üblichen Methoden der Massefärbung farbstarke, brillante, gelbe Färbungen, die sehr gute Licht- und Reibechtheiten, eine vorzügliche Thermofixierechtheit und insbesondere eine hervorragende Thermostabilität aufweisen.

Beispiel 1

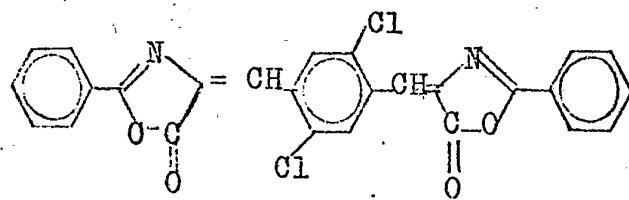
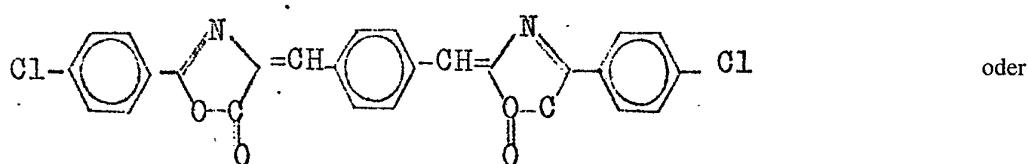
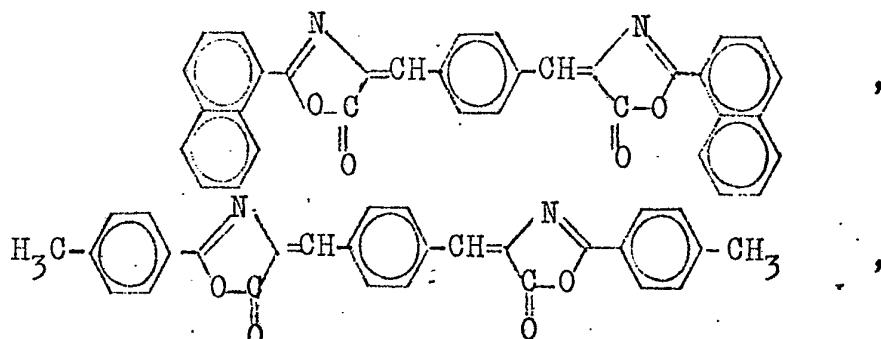
10 Gewichtsteile des Farbstoffs der Formel



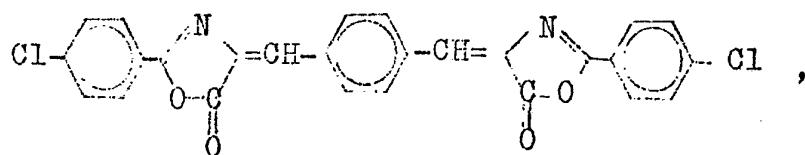
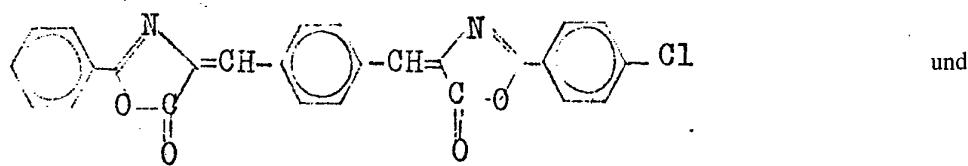
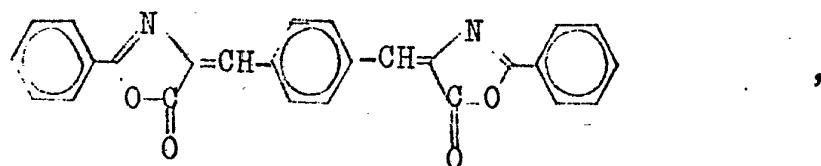
werden mit 90 Gewichtsteilen Äthylenglykol in einer Perlühle 30 Minuten vermahlen. 5 Gewichtsteile dieser Paste werden mit

95 Gewichtsteilen Bis-(β-hydroxyäthyl)-terephthalat vermischt und im Verlaufe von 6 Stunden unter Vakuum bei 270°–280°C kondensiert. Das erhaltene Polyestermaterial wird in üblicher Weise granuliert und zu Fäden versponnen. Man erhält brillante, gelbe Färbungen mit sehr guter Thermofixier- und Lichtechntheit.

Verwendet man anstelle des vorstehend angegebenen Farbstoffes beispielsweise einen Farbstoff der Formel

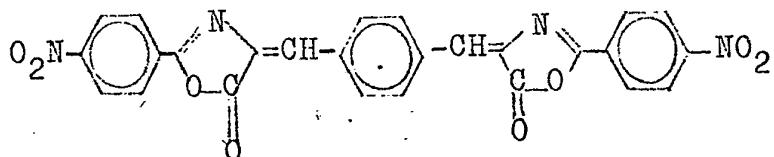


oder beispielsweise ein Gemisch der Farbstoffe der Formeln <sup>40</sup>



so erhält man ebenfalls brillante, gelbe Färbungen mit sehr guten Echtheitseigenschaften.

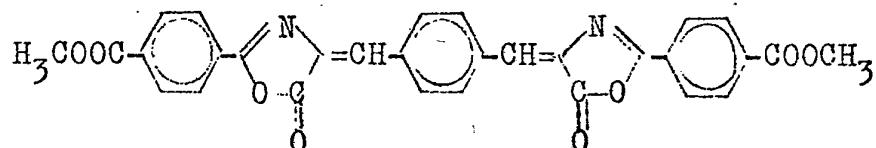
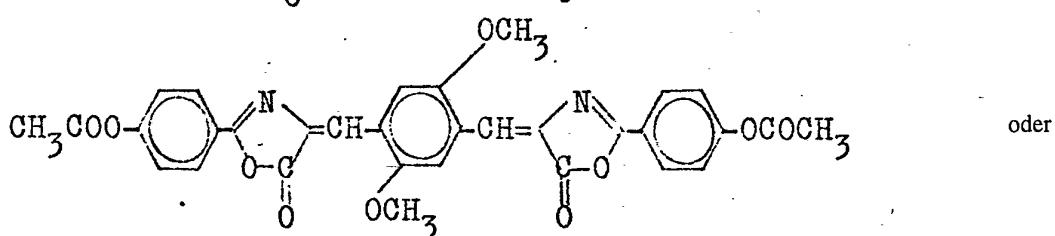
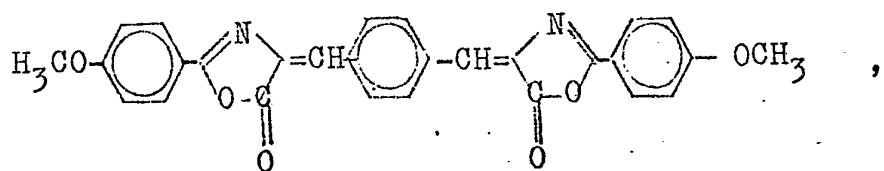
Beispiel 2  
1 Gewichtsteil des Farbstoffs der Formel



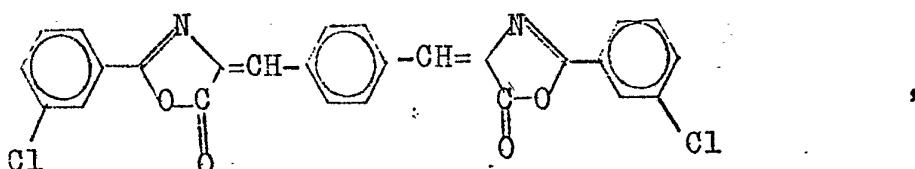
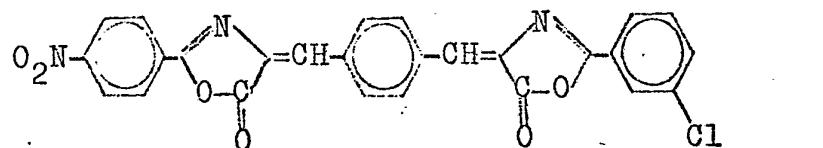
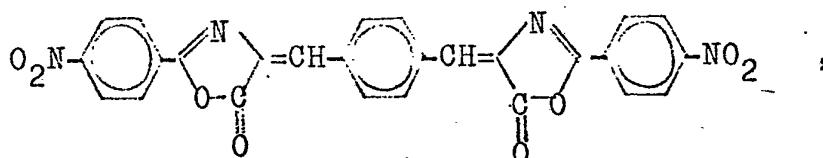
wird mit 99 Gewichtsteilen eines Granulates aus Poly-1,4-dimethylolycyclohexanterephthalat gemischt und aus der Schmelze versponnen. Man erhält brillante, gelb gefärbte Fäden. Die Färbungen zeichnen sich durch sehr gute Thermofixier- und Lichtechtheiten aus.

Verwendet man anstelle des vorstehend angegebenen Farbstoffes beispielsweise einen Farbstoff der Formel

10

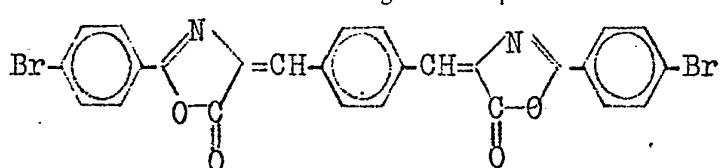


oder beispielsweise ein Gemisch der Farbstoffe der Formeln



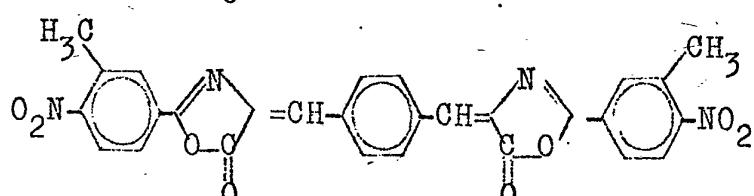
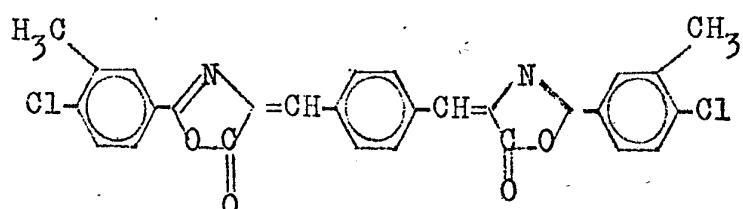
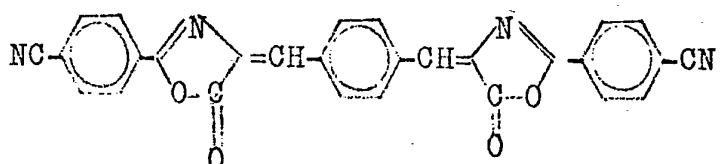
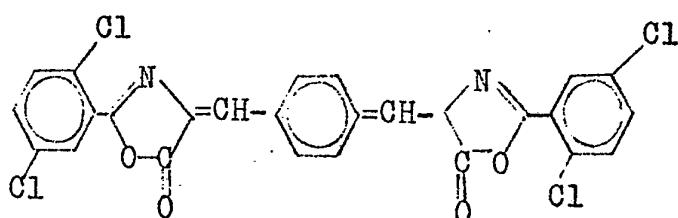
so erhält man ebenfalls brillante, gelbe Färbungen mit sehr guten <sup>60</sup> Echtheiten.

Beispiel 3  
99 Gewichtsteile Polyäthylenglykterephthalat werden gemäss Beispiel 2 mit 1 Gewichtsteil des Farbstoffs der Formel

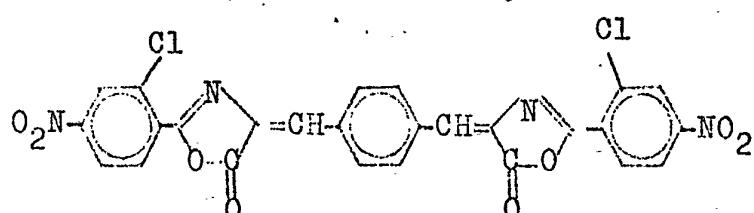


eingefärbt. Man erhält brillante, gelbe Färbungen mit hervorragenden Echtheiten.

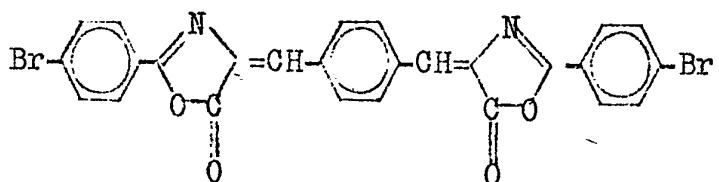
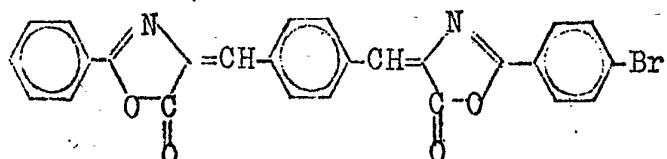
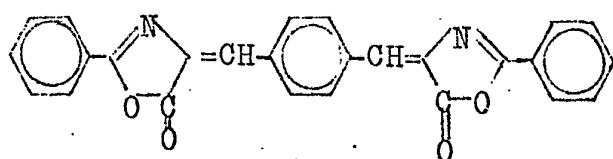
Setzt man anstelle des vorstehend genannten Farbstoffs Farbstoffe der Formeln



oder



oder beispielsweise ein Gemisch der Farbstoffe der Formeln



ein, so erhält man auch brillante, gelbe Färbungen mit sehr guten Echtheiten.