

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

65594

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 19.IV.1968 (P 126 519)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.VIII.1972 r.

Kl. 22a,43/12

MKP C09b 43/12

UKD

Twórca wynalazku: Jan Kraska

Właściciel patentu: Politechnika Łódzka, Łódź (Polska)

Sposób wytwarzania nowych organicznych disazowych pigmentów

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych organicznych disazowych pigmentów o wzorze ogólnym 1, w którym x i y oznaczają atom wodoru, grupę metylową, etylową, metoksyłową, etoksyłową, zaś A oznacza resztę winylową, polimetylenową o ilości węgli 2—6, fenyłową podstawioną w położeniu 1,3 lub 1,4.

Zgodnie z wynalazkiem disazowe pigmenty organiczne o wzorze ogólnym 1, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie wytwarza się przez reakcję kondensacji barwników aminomonoazowych przedstawionych wzorem ogólnym 2, zawierających wolną grupę aminową w położeniu meta lub para pierścienia fenyłowego połączonego z 3-metylopirazolonem-5 w położeniu 1, w którym x i y mają znaczenie podane wyżej z chlorobezwodnikami kwasów dwukarboksylowych alifatycznych lub aromatycznych.

Reakcję kondensacji barwników aminomonoazowych o wzorze ogólnym 2 z chlorkami kwasów dwukarboksylowych przeprowadza się w środowisku węglowodorów aromatycznych lub ich pochodnych jak np.: toluen, ksylen, chlorobenzen, o-dwuchlorobenzen, polichlorobenzeny jak 1, 2, 4-trójklorobenzen, chlorotoluen jak również w środowisku węglowodorów alifatycznych, ich chloropochodnych, pirydynie, dwumetyloformamidzie, cykloheksanonie oraz mieszaninach wymienionych związków o dowolnym składzie. Jako chlorobezwodniki kwasów dwukarboksylowych najczęściej stosuje

2

się chlorek tereftaloilu, izoftaloilu, fumarylu, bursztyny, adypiny.

Reakcję kondensacji przeprowadza się bez środków wiążących wydzielający się chlorowódor lub w ich obecności jak trzeciorzędowe zasady aromatyczne lub alifatyczne, np.: pirydyna, chinolina, dwumetylo- lub dwuetyloanilina i inne oraz węglany sodu lub potasu lub mocznik. Reakcję kondensacji przeprowadza się w ciągu 4—8 godzin w temperaturze wrzenia (temperatura 90—210°C) pod ciśnieniem atmosferycznym. Po zakończeniu reakcji kondensacji pigment odfiltrowuje się, przemywa rozpuszczalnikami organicznymi, korzystnie alkoholami metylowym, etylowym, butylowym lub ich estrami i suszy.

Organiczne pigmenty disazowe otrzymane według wynalazku są trwałe na wysoką temperaturę oraz dają wybarwienia trwałe na światło, migrację z barwionego materiału, plastifikatory, rozpuszczalniki organiczne i nadają się do barwienia tworzyw sztucznych, farb, lakierów, gumy, celulozy w masie i włókien syntetycznych jak również do druku tkanin itp.

Sposób według wynalazku wyjaśniają bliżej przykłady, nieograniczając jego zakresu. Składniki wymienione w przykładach podane są w częściach wagowych.

Przykład I. Do roztworu 10 części 4'-aminobenzoiło-2', 5'-dwumetoksyfenylo-1', 4-azopirazono-(4"-aminofenylo)-3-metylopirazonu-5 w 185

częściach chlorobenzenu dodano 2,08 części tereftaloilu w 15 częściach chlorobenzenu. Następnie mieszaninę reakcyjną ogrzewano w temperaturze wrzenia przez 6 godzin. Po zakończeniu kondensacji utworzony pigment odfiltrowano i przemyto alkoholem metylowym. Po wysuszeniu otrzymano 9,8 części czerwonego pigmentu.

Przykład II. Do roztworu 10,8 części 4'-aminobenzoilo-2', 5'-dwuetoksyfenylo-1', 4-azopirazolono-1 (4''-aminofenylo)-3-metylopirazolonu-5 w 165 częściach trójchlorobenzenu i w 110 częściach chlorobenzenu dodano 2,08 części chlorku izoftaloilu w 15 częściach trójchlorobenzenu. Następnie mieszaninę reakcyjną ogrzewano w temperaturze wrzenia przez 8 godzin. Po zakończeniu kondensacji utworzony pigment odfiltrowano i przemyto octanem etylu. Po wysuszeniu otrzymano 10,2 części oranżowego pigmentu.

Przykład III. Do roztworu 10,5 części 4'-aminobenzoilo-2', 5'-dwuetoksyfenylo-1', 4-azopirazolonu-1 (4''-aminofenylo)-3-metylopirazolonu-5 w 140 częściach trójchlorobenzenu i 160 częściach chlorobenzenu dodano 1,53 części chlorku fumarylu w 20 częściach chlorobenzenu i 10 częściach pirydyny. Następnie mieszaninę reakcyjną ogrzewano w temperaturze wrzenia przez 6 godzin. Po zakończeniu kondensacji utworzony pigment odfiltrowano i przemyto alkoholem metylowym. Po wysuszeniu otrzymano 9,6 części czerwonego pigmentu.

Przykład IV. Do roztworu 9,8 części 4'-aminobenzoilo-2', 5'-dwumetoksyfenylo-1', 4-azopirazolonu-1 (3''-aminofenylo)-3-metylopirazolonu-5 w 220 częściach chlorobenzenu dodano 2,08 części chlorku izoftaloilu w 20 częściach chlorobenzenu. Następnie mieszaninę reakcyjną ogrzewano w temperaturze wrzenia przez 7 godzin. Po zakończeniu kondensacji utworzony pigment odfiltrowano i przemyto alkoholem metylowym. Po wysuszeniu otrzymano 9,5 części żółto-żółtego pigmentu.

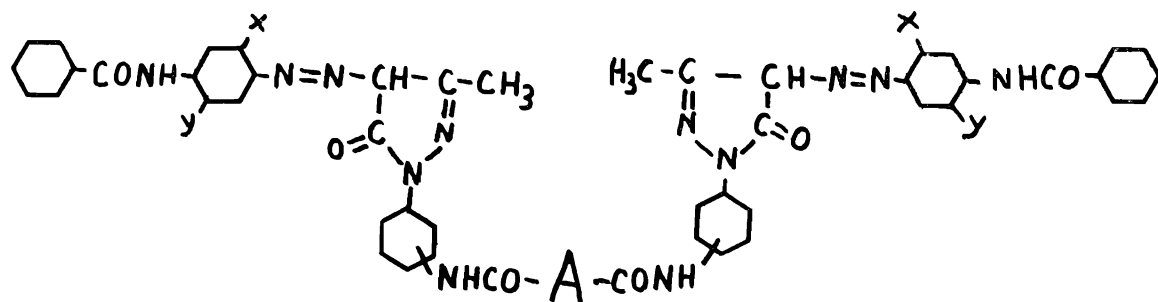
Przykład V. Do roztworu 10,8 części 4'-aminobenzoilo-2'-metoksy-5'-chlorofenylo-1', 4'-azopirazolonu-1 (4''-aminofenylo)-3-metylopirazolonu-5 w 150 częściach nitrobenzenu i 120 częściach chlorobenzenu dodano 1,55 części chlorku bursztynylu w 20 częściach nitrobenzenu. Następnie mieszaninę reakcyjną ogrzewano w temperaturze wrzenia przez 6 godzin. Po zakończeniu kondensacji utworzony pigment odfiltrowano i przemyto alkoholem mety-

lowym. Po wysuszeniu otrzymano 9,6 części oranżowego pigmentu.

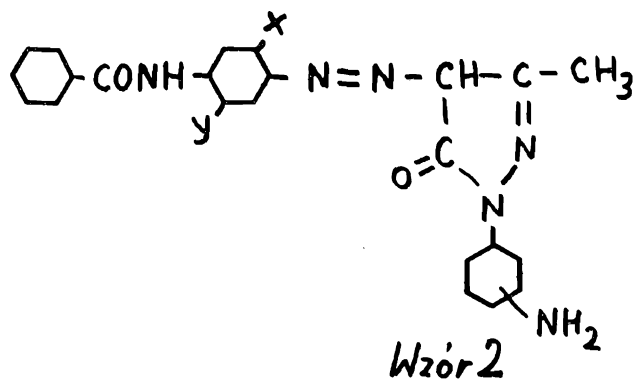
Przykład VI. Do roztworu 10,5 części 4'-aminobenzoilo-2', 5'-dwuetoksyfenylo-1, 4-azopirazolonu-1 (3''-aminofenylo)-3-metylopirazolonu-5 w 150 częściach nitrobenzenu i 140 częściach chlorobenzenu dodano 2 części chlorku adypinyłu w 10 częściach chlorobenzenu i 5 częściach pirydyny. Następnie mieszaninę reakcyjną ogrzewano w temperaturze wrzenia przez 4 godziny. Po zakończeniu kondensacji utworzony pigment odfiltrowano i przemyto octanem etylu. Po wysuszeniu otrzymano 8,9 części oranżowo-czerwonego pigmentu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nowych organicznych disazowych pigmentów o wzorze ogólnym 1, w którym x i y oznaczają atom wodoru, grupę metylową, etylową, metoksyłową, etoksyłową, chlor, zaś A oznacza resztę winylową, polimetylenową o ilości węgli 2—6, fenyłową podstawioną w położeniu 1,3 lub 1,4, **znamienny tym**, że barwnik aminozowy przedstawiony wzorem ogólnym 2, zawierający wolną grupę aminową w położeniu meta lub para pierścienia fenyłowego połączonego z 3-metylopirazolonem-5 w położeniu 1, w którym x i y mają znaczenie podane wyżej, poddaje się reakcji kondensacji z chlorobezwodnikiem dwukarboksyłowego kwasu alifatycznego lub aromatycznego w środowisku węglowodorów aromatycznych lub ich pochodnych jak toluen, ksylen, chlorobenzen, o-dwuchlorobenzen, polichlorobenzeny, chlorotoluen, lub w środowisku węglowodorów alifatycznych ich chloropochodnych, pirydynie, dwumetyloformamidzie, cykloheksanonie oraz mieszaninach wymienionych rozpuszczalników, ewentualnie w obecności środka wiążącego wydzielający się chlorowodor, takich jak trzeciorzędowa zasada aromatyczna lub alifatyczna zwłaszcza pirydyna, chinolina, dwumetylo- lub dwuetyloanilina, trójetiloamina lub mocznik, w czasie 4—8 godzin w temperaturze wrzenia użytych rozpuszczalników, po czym uzyskany pigment w znany sposób odsadza się, przemywa rozpuszczalnikami organicznymi, korzystnie alkoholem metylowym czy etylowym lub ich estrami i suszy.



Wzór 1



Wzór 2