

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

72 651

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 22a, 43/12

Zgłoszono: 26.07.1969 (P. 135059)

Pierwszeństwo: _____

MKP C09b 43/12

Zgłoszenie ogłoszono: 30.12.1972

Opis patentowy opublikowano: 15.11.1974

Twórcy wynalazku: Andrzej Kujawski, Wiesław Cherasko, Lech Wojciechowski
Uprawniony z patentu tymczasowego: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników,
Zgierz (Polska)

Sposób wytwarzania nowych żółtych pigmentów azowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych żółtych pigmentów azowych o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym B oznacza resztę barwnika monoazowego pochodnego pirazolonu, a R oznacza 2-chloro-5-metylo- lub 2,5-dwuchloro-p-fenylen.

Sposobem według wynalazku poddaje się barwnik monoazowy, otrzymany przez sprzęgnięcie zdwuazowanej aminy aromatycznej z 3-metylo-, 1-fenilo-3-metylo- lub 1-(p-aminofenilo)-3-metylo-pirazolonem-5, reakcji kondensacji z dwuchlorkiem kwasowym barwnika disazowego, otrzymanego przez sprzęgnięcie zdwuazowanego kwasu 3-amino-4-chlorobenzoowego z 2-chloro-5-metylo- lub 2,5-dwuchloro-p-fenylenodwuamidem acetylooctowym.

Reakcję kondensacji prowadzi się w środowisku rozpuszczalnika organicznego w obecności środka wiążącego chlorowódor, jak pirydyna, mocznik itp.

Otrzymywane sposobem według wynalazku pigmenty barwią tworzywa sztuczne bez zjawiska migracji i odznaczają się wysokimi odpornościami na działanie rozpuszczalników organicznych i czynników termicznych.

Wynalazek ilustrują następujące przykłady, w których stopnie temperatury podane są w stopniach Celsjusza:

Przykład I. 11 g surowego barwnika monoazowego (0,03 mola), otrzymanego przez sprzęgnięcie zdwuazowanej 2-metylo-4-chloroaniliny z 3-metylopirazolonem-5, miesza się z 500 ml chlorobenzenu i ogrzewa do temperatury 80°. W tej temperaturze dodaje się następnie do otrzymanej mieszaniny 5 ml pirydyny oraz 12,1 g surowego dwuchlorku kwasowego (0,015 mola) barwnika disazowego, otrzymanego przez sprzęgnięcie zdwuazowanego kwasu 3-amino-4-chlorobenzoowego z 2-chloro-5-metylo-p-fenylenodwuamidem acetylooctowym. Gęstą zawiesinę rozcieńcza się chlorobenzenem do objętości 1 l. Mieszaninę ogrzewa się w ciągu 4 godzin w temperaturze 80°, a następnie w ciągu 10 godzin w temperaturze wrzenia, po czym odsąca się produkt na gorąco, przemywa chlorobenzenem i suszy w temperaturze 70°. Wysuszony produkt przemywa się kolejno gorącym chlorobenzenem, dwumetyloformamidem, etanolem i wodą. Otrzymuje się żółty pigment. Wydajność procesu wynosi 80%.

Przykład II. Postępuje się sposobem, opisanym w przykładzie I, lecz zamiast podanej ilości barwnika

monoazowego, otrzymanego przez sprzęgnięcie zdwuazowanej 2-metylo-4-chloroaniliny z 3-metylopirazolonem-5 używa się równoważnej ilości barwnika monoazowego, otrzymanego przez sprzęgnięcie zdwuazowanej 2,5-dwuchloroaniliny z 3-metylopirazolonem-5. Otrzymuje się żółty pigment. Wydajność procesu wynosi około 81%.

Przykład III. 9 g surowego barwnika monoazowego (0,03 mola), otrzymanego przez sprzęgnięcie zdwuazowanej 2-metylo-4-chloroaniliny z 1-(p-aminofenylo)-3-metylopirazolonem-5 miesza się z 600 ml chlorobenzenu, ogrzewa do temperatury 50° i dodaje 450 ml chinoksaliny oraz 10,8 g surowego dwuchorku kwasowego (0,015 mola) barwnika disazowego, otrzymanego przez sprzęgnięcie zdwuazowanego kwasu 3-amino-4-chlorobenzoowego z 2-chloro-5-metylo-p-fenilenodwuamidem acetylooctowym. Zawiesinę ogrzewa się w ciągu 3 godzin w temperaturze 80°, a następnie w ciągu 10 godzin w temperaturze 140°, po czym odsącza się produkt na gorąco i oczyszcza sposobem, podanym w przykładzie I. Otrzymuje się żółty pigment. Wydajność procesu wynosi 69%.

Przykład IV. 12 g surowego barwnika monoazowego (0,03 mola), otrzymanego przez sprzęgnięcie zdwuazowanej p-acetyloaminoaniliny z 1-fenylo-3-metylopirazolonem-5, miesza się z 1050 ml chlorobenzenu i ogrzewa do temperatury 80°, po czym dodaje się 3 g pirydyny oraz 10,8 g surowego dwuchorku kwasowego (0,015 mola) barwnika disazowego, otrzymanego przez sprzęgnięcie zdwuazowanego kwasu 3-amino-4-chlorobenzoowego z 2,5-dwuchloro-p-fenilenodwuamidem acetylooctowym. Zawiesinę ogrzewa się w ciągu 3 godzin w temperaturze 80°, a następnie w ciągu 10 godzin w temperaturze wrzenia, po czym odsącza się produkt i oczyszcza sposobem podanym w przykładzie I. Otrzymuje się żółty pigment, Wydajność procesu wynosi 83%.

Przykład V. Postępuje się sposobem, opisanym w przykładzie IV, lecz zamiast podanej ilości dwuchorku kwasowego barwnika disazowego, otrzymanego przez sprzęgnięcie zdwuazowanego kwasu 3-amino-4-chlorobenzoowego z 2-chloro-5-metylo-p-fenilenodwuamidem acetylooctowym używa się równoważnej ilości dwuchorku kwasowego barwnika disazowego, otrzymanego przez sprzęgnięcie zdwuazowanego kwasu 3-amino-4-chlorobenzoowego z 2,5-dwuchloro-p-fenilenodwuamidem acetylooctowym. Otrzymuje się żółty pigment. Wydajność procesu wynosi 81%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nowych żółtych pigmentów azowych o ogólnym wzorze przedstawionym na rysunku, w którym B oznacza resztę barwnika monoazowego pochodnego pirazolanu, a R oznacza 2-chloro-5-metylo- lub 2,5-dwuchloro-p-fenilen, znamienny tym, że barwnik monoazowy, otrzymany przez sprzęgnięcie zdwuazowanej aminy aromatycznej z 3-metylo-, 1-fenylo-3-metylo- lub 1-(p-aminofenylo)-3-metylopirazolonem-5 poddaje się reakcji kondensacji z dwuchorkiem kwasowym barwnika disazowego, otrzymanego przez sprzęgnięcie zdwuazowanego kwasu 3-amino-4-chlorobenzoowego z 2-chloro-5-metylo- lub 2,5-dwuchloro-p-fenilenodwuamidem acetylooctowym.

