DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) **Wirtschaftspatent**

(19) **DD** (11) **223 457 A1**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

4(51) **C 09 B 29/085**

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 09 B / 261 991 8 (22) 16.04.84 (44) 12.06.85

(71) VEB Chemiekombinat Bitterfeld, 4400 Bitterfeld, Zörbiger Straße, DD
(72) Modrow, Hans-Walter, Dipl.-Chem.; Schmidt, Martina, Dipl.-Chem.; Woche, Gerhard, Dipl.-Chem.; Kauschke, Adolf, Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren zur Herstellung von C. I. Dispersorange 30 mit verbessertem Kornspektrum

(57) Die Erfindung betrifft die Herstellung von C. I. Dispersorange 30 mit verbessertem Kornspektrum durch Umsetzung von diazotiertem 2,6-Dichlor-4-nitranilin mit N-Cyanethyl-N-acetoxethylanilin in Gegenwart von zusätzlich zugegebenem Kochsalz.

ISSN 0433-6461

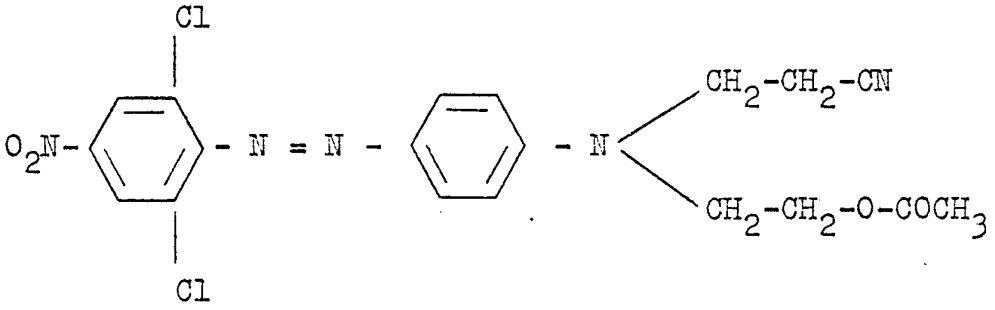
6 Seiten

VEB CHEMIEKOMBINAT BITTERFELD 2401

Verfahren zur Herstellung von C. I. Dispersorange 30 mit verbessertem Kornspektrum

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung des wasserunlöslichen Farbstoffes der Formel



, I

der in Form einer wäßrigen Dispersion zum Färben von Polyester, Polyamid und Zelluloseacetatfasern geeignet ist.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Aus der DE-AS 1 219 608 ist die Herstellung des Farbstoffes durch Diazotierung von 2,6-Dichlor-4-nitranilin mit Nitrosylschwefelsäure und anschließende Kupplung der verdünnten Diazokomponente mit der vorher acetylierten Kupplungskomponente bekannt. Dabei können oberflächenaktive Hilfsmittel eingesetzt werden. Der Farbstoff fällt bei der Synthese in der ß-Modifikation an, so daß eine bei anderen Dispersionsfarbstoffen übliche thermische Nachbehandlung zwar die Kristallinität erhöht, aber keinen Einfluß auf die Modifikation hat. Nachteilig wirkt sich die bei dieser Arbeitsweise sehr uneinheitliche Korngröße des anfallenden Syntheseproduktes aus, wodurch die anschließende Naßfeinstmahlung ein sehr breites Kornspektrum liefert. Durch die Kupplung in Anwesenheit von Dispergatoren erhält man zwar ein sehr feines Korn, aber der Farbstoff läßt sich auf den üblichen Filteraggregaten nicht mehr filtrieren.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung des Farbstoffes der Formel I, das bereits bei der Synthese die Fällung in einem weitgehend einheitlichen feinen Korn ermöglicht und damit die geschilderten Nachteile bekannter Verfahren vermeidet, sich jedoch gut ohne wesentliche zusätzliche Aufwendungen in die industriell geübte Herstellungstechnologie einpaßt.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Es wurde gefunden, daß man den genannten Farbstoff in einer der Zielstellung entsprechenden Form erhält, wenn man die Kupplung des diazotierten 2,6-Dichlor-4-nitranilins mit N-Cyanethyl-N-acetoxethylanilin in Anwesenheit einer erhöhten Menge anorganischer Salze durchführt, als sie üblicherweise aus den vorangegangenen Reaktionen im Reaktionsgemisch resultiert. Erfindungsgemäß wird dabei so verfahren, daß man der auf bekannte Weise hergestellten, mit Eis/Wasser verdünnten Diazotierung 1 bis 5 Masse-% NaCl, bezogen auf die Gesamtmasse, zusetzt und anschließend die Kupplung durchführt. Es ist auch möglich, das Kochsalz bereits den vorangehenden Reaktionsstufen zuzusetzen.
Der Farbstoff fällt dabei in einem weitgehend einheitlichen feinen Korn an, das sich jedoch durch anschließende Agglomeration auf den in der Produktion üblicherweise eingesetzten Filterpressen ohne Schwierigkeiten aus dem Reaktionsmedium abtrennen läßt.
Dieser Effekt wird sowohl bei Abwesenheit wie auch bei gleichzeitigem Einsatz üblicher oberflächenaktiver Hilfsmittel beobachtet.
Das durch dieses Verfahren erreichte relativ einheitliche Kornspektrum bleibt auch bei den üblichen thermischen Nachbehandlungsmethoden zur Erhöhung der Kristallinität weitgehend erhalten.
Bei der sich an die Synthese und Isolierung anschließenden Naßfeinstmahlung werden wesentlich kürzere Mahlzeiten benötigt als bei Einsatz von nach den bekannten Verfahren synthetisiertem Farbstoff. Das gemahlene Produkt besitzt ein engeres Kornspektrum, woraus auch verbesserte coloristische Eigenschaften (insbesondere Dispersstabilität) resultieren.

Ausführungsbeispiel

In das Reaktionsgemisch aus 100 Masseteilen Schwefelsäure (96 %) und 7 Masseteilen Natriumnitrit werden 20,7 Masseteile 2,6-Dichlor-4-nitranilin bei 15 °C eingetragen.
Parallel zur Diazotierung werden ebenfalls auf bekannte Weise 22,8 Masseteile N-Cyanethyl-N-oxethylanilin mit 30 Masseteilen Acetanhydrid bei ca. 100 °C umgesetzt.
Die Diazotierung wird in 800 Masseteile Eis und Wasser eingerührt und nach Zusatz von 2 Masseteilen eines unter dem Namen Präwozell WON vom VEB Chemische Werke Buna vertriebenen Alkylphenylpolyglykoläthers mit 20 Masseteilen Kochsalz versetzt.
Die Kupplung erfolgt dann wiederum auf bekannte Weise durch Zulauf der acetylierten Kupplungskomponente zu dem Diazotierungsgemisch bei etwa 0 °C.
Der anfallende Farbstoff hat ein sehr feines Korn, ist aber durch Agglomeration gut filtrierbar. Insbesondere ist die Bildung der sonst beobachteten Kristallnadeln weitgehend unterdrückt, die Ursache für einen besonders hohen Mahlaufwand sind.
Der Farbstoff kann auf die übliche Weise weiterverarbeitet werden.

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Herstellung von C. I. Dispersorange 30 mit verbessertem Kornspektrum durch Diazotierung von 2,6-Dichlor-4-nitranilin und Kupplung auf N-Cyanethyl-N-acetoxethylanilin, gekennzeichnet dadurch, daß die Kupplung in Gegenwart von zusätzlich zu der bei dem Verfahren anfallenden Salzmenge zugesetzten 1 bis 5 Masse-% NaCl, bezogen auf die Gesamtmasse, erfolgt.