



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **238 244 A1**4(51) C 09 B 67/48
C 09 B 29/08

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 09 B / 277 318 0	(22)	13.06.85	(44)	13.08.86
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	VEB Chemiekombinat Bitterfeld, 4400 Bitterfeld, Zörbiger Straße, DD
(72)	Modrow, Hans W., Dipl.-Chem.; Dehmel, Eleonore; Koch, Ursula, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Scheil, Adelheid, Dipl.-Chem.; Woche, Gerhard, Dipl.-Chem., DD

(54)	Verfahren zur Herstellung der β -Modifikation von C. I. Dispersrot 73
------	---

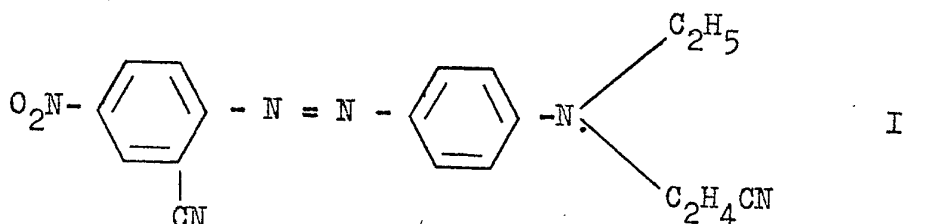
(57) Die Erfindung betrifft die Herstellung des Farbstoffes C. I. Dispersrot 73 in der β -Modifikation. Sie wird erhalten, indem man die Kupplung von diazotiertem 2-Cyan-4-nitroanilin auf N-Cyanäthyl-N-äthylanilin erfindungsgemäß in Gegenwart von bereits in der β -Modifikation vorliegendem C. I. Dispersrot 73 vornimmt.

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Herstellung der β -Modifikation von C.I. Dispersrot 73 durch Diazotierung von 2-Cyan-4-nitroanilin und Kupplung auf N-Cyanäthyl-N-äthylanilin, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Kupplung in Gegenwart von bereits in der β -Modifikation vorliegendem C.I. Dispersrot 73 erfolgt.
2. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Kupplungskomponente 3 bis 30 Ma.-%, bezogen auf die Menge des sich bildenden Farbstoffes, in der β -Modifikation vorliegendem C.I. Dispersrot 73 zugesetzt werden.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft die Herstellung der thermostabilen β -Modifikation des Farbstoffes C.I. Dispersrot 73 der Formel



Der Farbstoff dient zum Färben und Bedrucken von Fasermaterialien aus Polyester, Polyamid und Zelluloseacetat.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Der Farbstoff der Formel I ist aus der DE-PS 648 768 bekannt. Er wird durch Diazotierung von 2-Cyan-4-nitroanilin und Kupplung auf N-Cyanäthyl-N-äthylanilin erhalten.

Ein Verfahren zu seiner Herstellung durch Kupplung von diazotiertem 2-Halogen-4-nitroanilin mit N-Cyanäthyl-N-äthylanilin und nachfolgenden Halogen-Cyan-Austausch beschreibt die DE-PS 1 220 824.

Bei diesen Verfahren fällt der entstehende Rohfarbstoff in der α -Modifikation an, die nur eine geringe Thermostabilität besitzt und daher zu Schwierigkeiten bei dem Einsatz daraus hergestellter Formulierungen im Färbeprozess führt.

In der DE-OS 2 249 739 werden Möglichkeiten aufgezeigt, wie durch eine thermische Nachbehandlung aus der instabilen α -Modifikation nachträglich die thermostabile β -Modifikation hergestellt werden kann.

Dieser Weg hat jedoch den Nachteil, daß er mit zusätzlichen energieintensiven Arbeitsgängen verbunden ist bzw. Mahlaggregat zur Verfügung stehen müssen, in welchen bei hohen Temperaturen gearbeitet werden kann.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung des Farbstoffes der Formel I, das in gegenüber dem Stand der Technik einfacher Weise die β -Modifikation erhalten läßt.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Es wurde gefunden, daß das gesteckte Ziel in überraschend einfacher Weise erreicht wird, wenn die Kupplung von diazotiertem 2-Cyan-4-nitranilin mit N-Cyanäthyl-N-äthylanilin in Anwesenheit von relativ geringen Mengen des Rohfarbstoffes in der β -Modifikation durchgeführt wird.

Erfindungsgemäß wird dabei so verfahren, daß man vor der Durchführung der Kupplungsreaktion der vorgelegten Kupplungskomponente N-Cyanäthyl-N-äthylanilin 3 bis 30 Ma.-%, vorzugsweise 5 bis 15 Ma.-%, bezogen auf den sich bildenden Rohfarbstoff, an C.I. Dispersrot 73 in der β -Modifikation zusetzt. Die Kupplung mit diazotiertem 2-Cyan-4-nitranilin erfolgt auf bekannte Weise, gegebenenfalls unter Zusatz von Dispergatoren und Hilfsmitteln.

Der Farbstoff scheidet sich bei dieser Arbeitsweise zunächst wie auch ohne Verwendung des Impfsatzes in der α -Modifikation bzw. im Gemisch mit einem sehr geringen Anteil an α -Modifikation ab. Die Abtrennung aus dem Reaktionsgemisch erfolgt wie üblich durch Filtration und anschließendes Neutralwaschen auf der Filtereinrichtung.

Überraschenderweise tritt bei einem derart hergestellten Rohfarbstoff bereits bei Raumtemperatur in der Paste eine rasche Umwandlung ohne weitere Energiezufuhr in die β -Modifikation ein, die aber auch durch milde Energiezufuhr noch beschleunigt werden kann.

Beschleunigt wird der Umwandlungsprozeß auch, wenn beispielsweise mit erwärmten Wasser auf der Filterpresse nachgewaschen wird.

Die nachfolgende Gegenüberstellung zeigt den Vorteil der erfindungsgemäßen Arbeitsweise unter Verwendung von gleichen Ausgangsprodukten und sonst gleichen Arbeitsbedingungen zur Herstellung der thermostabilen β -Modifikation:

- | | |
|-----------|--|
| Probe 1 A | Kupplung ohne Zusatz von β -Modifikation |
| Probe 1 B | Kupplung ohne Zusatz von β -Modifikation und mit 60 °C heißem Wasser nachgewaschen. |
| Probe 1 C | Kupplung ohne Zusatz von β -Modifikation und mit 80 °C heißem Wasser nachgewaschen. |
| Probe 1 D | Kupplung ohne Zusatz von β -Modifikation, Farbstoffpaste 15 Std. bei ca. 40 °C gelagert. |
| Probe 1 E | Kupplung ohne Zusatz von β -Modifikation und 3stündiger Nachbehandlung gemäß Beispiel 1 der DE-OS 2 249 739 (nach 2 Std. lagen noch ca. 10 % in der α -Modifikation vor). |

Probe 2 A	Kupplung unter Zusatz von 6% β -Modifikation.
Probe 2 B	Kupplung unter Zusatz von 6% β -Modifikation und mit 60 °C heißem Wasser nachgewaschen.
Probe 2 C	Kupplung unter Zusatz von 6% β -Modifikation und mit 80 °C heißem Wasser nachgewaschen.
Probe 2 D	Kupplung unter Zusatz von 6% β -Modifikation. Farbstoffpaste 15 Std. bei ca. 40 °C.

	15 Std. $\alpha:\beta$	1 Woche $\alpha:\beta$	2 Wochen $\alpha:\beta$
1 A	100:0	100:0	100:0
1 B	95:5	90:10	75:25
1 C	50:50	40:60	30:70
1 D	100:0	100:0	100:0
1 E	0:100		
2 A	90:10	20:80	0:100
2 B	50:50	10:90	0:100
2 C	0:100		
2 D	0:100		

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

In das Gemisch von 10 Masseteilen N-Cyanäthyl-N-äthylanilin, 100 Masseteilen Wasser, 10 Masseteilen konz. Salzsäure und 300 Masseteilen Eisen werden 2 Masseteile C. I. Dispersrot 73 in der β -Modifikation eingetragen.

Dazu läuft eine auf bekannte Weise mit Nitrosylschwefelsäure hergestellte Diazotierung aus 8,2 Masseteilen 2-Cyan-4-nitranilin.

Der gebildete Farbstoff wird auf einer Nutsche abgesaugt und mit Wasser neutral gewaschen. Nach ca. 2 Wochen ist die gewünschte Umwandlung in die β -Modifikation bei Lagerung bei Raumtemperatur (ca. 20 °C) abgeschlossen.

Beispiel 2

Der gemäß Beispiel 1 hergestellte Farbstoff wird auf der Nutsche, nachdem der größte Säureanteil mit kaltem Wasser ausgewaschen wurde, mit ca. 80 °C heißem Wasser bedeckt und wieder abgesaugt. Nach ca. 24 Std. liegt er vollständig in der β -Modifikation vor.

Beispiel 3

Der gemäß Beispiel 1 unter Verwendung von 1 Masseteil C. I. Dispersrot 73 (β -Modifikation) hergestellte und neutral gewaschene Farbstoff wird ca. 24 Std. bei ca. 40 °C gelagert, wobei er sich vollständig in die β -Modifikation umwandelt.