

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

68323

Patent dodatkowy
do patentu _____

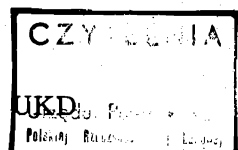
Zgłoszono: 04.XI.1969 (P. 136 675)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.IX.1973

Kl. 22a,53/00

MKP C09b 53/00



Współtwórcy wynalazku: Jerzy Lenartowicz, Krystyna Iciek
Właściciel patentu: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwni-
ków, Zgierz (Polska)

Sposób wytwarzania barwników trudno rozpuszczalnych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania barwników trudno rozpuszczalnych w wodzie i w rozpuszczalnikach organicznych o ogólnym wzorze przedstawionym na rysunku, w którym R oznacza 1,3 lub 1,4-fenylen, 4,4'-dwufenylen albo 2,2'-dwumetoksy-4,4'-dwufenylen.

Barwniki tego typu otrzymywano dotychczas przez kondensację iminoftalimidu, 3-imino- lub 3-tioizoindolinonu-1 z dwuaminami aromatycznymi, ewentualnie heterocyklicznymi, w środowisku rozpuszczalników organicznych, np przez ogrzewanie ponad 2 moli iminoftalimidu lub jego nitrowych pochodnych z 1 molen p- lub m-fenilenodwuaminy w wysokowrzącym rozpuszczalniku, jak np chlorobenzen, w temperaturze wrzenia, w ciągu około 40 godzin, albo przez ogrzewanie 3-iminoizoindolinonu-1 z dwuaminą aromatyczną, albo heterocykliczną we wrzącym kwasie octowym względnie przez ogrzewanie 3-tioizoindolinonu-1 z dwuaminą aromatyczną we wrzącym o-dwuchlorobenzenie.

Opisane powyżej znane sposoby wymagają długotrwałego utrzymywania masy reakcyjnej w temperaturze wrzenia, przeważnie w wysokowrzących rozpuszczalnikach organicznych. Otrzymywane tymi sposobami pigmenty zawierają duże ilości zanieczyszczeń i muszą być poddawane dodatkowym procesom oczyszczania na drodze krystalizacji lub kilkakrotnego przemycania gorącym rozpuszczalnikiem organicznym.

2

Sposobem według wynalazku podaje się 1,3,3-trójkloroizoindoleninę reakcji kondensacji z m- lub p-fenilenodwuaminą, benzydyną albo 2,2'-dwanizydyną. Reakcję prowadzi się w rozpuszczalniku organicznym w obecności mocznika lub urotropiny jako katalizatora.

Sposób ten jest bardzo prosty pod względem technologicznym, przebiega w krótkim okresie czasu, wynoszącym 2 — 2,5 godziny i umożliwia otrzymanie dostatecznie czystych pigmentów, które mogą być stosowane bez dodatkowego oczyszczania.

Otrzymane sposobem według wynalazku barwniki stanowią żółte pigmenty, przy czym pochodne m- i p-fenilenodwuaminy wykazują średnie, a pochodne 2,2'-dwanizydy i benzydyny — dobre odporności na światło. Pigmenty te mogą być stosowane w poligrafii oraz do wyrobu farb i lakierów, a także do barwienia tworzyw sztucznych.

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

Przykład 1. Do roztworu 0,01 mola 1,3,3-trójkloroizoindoleniny w 80 ml benzenu dodaje się w ciągu 10—15 minut roztwór 0,005 mola benzydyny i 0,05 g mocznika w 70 ml benzenu. Przy dobrym mieszaniu ogrzewa się całość do temperatury 60—70° i utrzymuje w tych warunkach w ciągu 0,5 godziny. Roztwór pozostawia się następ-

nie do ostygnięcia do temperatury 30—40° i dodaje do niego 80 ml metanolu, po czym ogrzewa się całość do wrzenia i utrzymuje w tych warunkach w ciągu 1 godziny. Wytrącony osad odsącza się na gorąco i przemywa benzenem, a następnie metanolem i wodą. Po wysuszeniu otrzymuje się z wydajnością 90% żółty pigment o temperaturze topnienia powyżej 300° i dobrych odpornościach na światło oraz bardzo dobrych odpornościach na migrację.

Przykład II. Do roztworu 0,01 mola 1,3,3-trójlchloroizindoleniny w 100 ml benzenu dodaje się roztwór 0,005 mola 2,2'-dwuanizydyny i miesza w ciągu 15 minut w temperaturze pokojowej. Następnie dodaje się 0,01 g urotropiny i ogrzewa w ciągu 20 minut w temperaturze wrzenia. Po ostygnięciu masy reakcyjnej do temperatury pokojowej dodaje się 100 ml metanolu i ogrzewa w ciągu 1 godziny we wrzeniu. Po odsączeniu otrzymuje się z wydajnością 80% żółty pigment o dobrych odpornościach na światło.

Przykład III. Postępując sposobem podanym w przykładzie II, lecz używając zamiast 2,2'-dwuanizydyny 0,005 mola m- lub p-fenilenodwuaminy, otrzymuje się z wydajnością 87—88% żółte pigmenty o średnich odpornościach na światło.

Zastrzeżenia patentowe

10 1. Sposób wytwarzania barwników trudno rozpuszczalnych w wodzie i w rozpuszczalnikach organicznych o ogólnym wzorze przedstawionym na rysunku, w którym R oznacza 1,3- lub 1,4-fenylen, 4,4'-dwufenylen albo 2,2'-dwumetoksy-4,4'-dwufenylen, **znamienny tym** że 1,3,3-trójlchloroizindoleninę podaje się reakcji kondensacji z m- lub p-fenilenodwuaminą, benzydyną albo 2,2'-dwuanizydyną.

20 2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że reakcję kondensacji prowadzi się w rozpuszczalniku organicznym w obecności mocznika lub urotropiny.

