



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 298 254 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 09 B 29/02
C 09 B 29/33

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) DD C 09 B / 325 103 5 (22) 18.01.89 (44) 13.02.92

(71) siehe (73)
(72) Jauer, Ernst-Adolf, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Groth, Klaus-Rüdiger, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Dost, Hermann,
Dipl.-Chem.; Freitag, Rudolf, Dipl.-Chem.; Kluge, Silvia, DE
(73) CHEMIE AG Bitterfeld-Wolfen, O - 4400 Bitterfeld, DE
(74) Chemiekombinat Bitterfeld, Abt. Patente/Lizenzen, O - 4400 Bitterfeld, DE

(54) Verfahren zur Herstellung von C. I. Pigment Gelb 97

(55) Herstellungsverfahren; Monoazopigment; Zwischenprodukte; 2,5-Dimethoxysulfanilsäureanilid;
Acetessig-2,5-dimethoxy-4-chlor-anilid; Pigment Gelb 97; Lösungsmittel; Ethanol

(57) Die Erfindung beinhaltet ein Verfahren zur Herstellung von C. I. Pigment Gelb 97 bei dem die Fällung der
Kupplungskomponente und die Kupplung selbst in wäßrig-ethanolischer Lösung durchgeführt werden. Im Gegensatz
zu bisher bekannten Verfahren fällt dabei das Pigment in sehr reinem grünstichig gelben Farbton an.

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung des Monoazopigments C.I. Pigment Gelb 97 durch Kupplung von diazotiertem 2,5-Dimethoxysulfanilsäureanilid auf Acetessig-2,5-dimethoxy-4-chloranilid, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Fällung der Kupplungskomponente in Anwesenheit von 30 bis 50 Vol.-% Ethanol und die Kupplung in Anwesenheit von 10 bis 30 Vol.-% Ethanol durchgeführt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung des Monoazopigments C.I. Pigment Gelb 97, das aus diazotiertem 2,5-Dimethoxysulfanilsäureanilid durch Kupplung auf Acetessig-4-chlor-2,5-dimethoxyanilid hergestellt wird.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Das Kupplungsprodukt aus diazotiertem 2,5-Dimethoxysulfanilsäureanilid mit Acetessig-2,5-dimethoxy-4-chloranilid wurde zuerst in der DT-PS 845 374 beschrieben. Das angewendete Verfahren entspricht der allgemein üblichen Arbeitsweise, indem die Kupplung in schwach saurem Medium mit einer feinteiligen Suspension der Kupplungskomponente durchgeführt wird. Das erhaltene Pigment ist dann extrem feinteilig und in diesem Zustand nur bedingt einsetzbar. Erst Nachbehandlungen mit organischen Lösungsmitteln lassen ein Produkt mit verbesserter Anwendbarkeit entstehen, das jedoch immer noch einen trüben Farbton besitzt.

In Erkenntnis dieser Schwierigkeiten wurde bereits vorgeschlagen, die Kupplung in einem Nitrobenzen-Wasser-Gemisch durchzuführen (DT-OS 2312421). Das erhaltene Pigment wird dann in dieser Mischung erhitzt, das Nitrobenzen abdestilliert und das Pigment in bekannter Weise aus der wäßrigen Phase isoliert getrocknet. Das Ergebnis dieser Arbeitsweise ist jedoch schlecht reproduzierbar, so daß nur über die Mischung einer großen Zahl von Ansätzen statistisch ein Produkt mit einheitlichen Eigenschaften erhalten wird. Das ist aber ein wesentlicher Nachteil, wenn bereits relativ geringe Mengen des Pigments zur Deckung des Bedarfs genügen.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist ein Verfahren, das reproduzierbar ein Pigment mit klarem Farbton und hohem Echtheitsniveau, besonders mit guten Öl-, Lösungsmittel- und Migrationsechtheiten liefert.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die technische Aufgabe, die durch die Erfindung zu lösen war, beinhaltet die Auffindung spezieller Synthesebedingungen, die reproduzierbar ein hochwertiges Pigment ergeben, daß nur noch in geringem Umfang nachbehandelt werden muß. Diese technische Aufgabe wurde erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß bereits beginnend mit Fällung der Kupplungskomponente auch die Kupplung in wäßrig-ethanolischer Lösung bzw. Suspension durchgeführt wird. Die Konzentration des Ethanol in den verschiedenen Stufen der Synthese soll dabei jedoch unterschiedlich sein. Für die Fällung der Kupplungskomponente ist ein Konzentrationsbereich von 30 bis max. 50 Vol.-% Ethanol einzusetzen. Für die Stufe der Kupplung werden 10 bis 30 Vol.-% Ethanol benötigt. Dabei ist es möglich, in jeder Stufe mit der höheren Ethanolkonzentration die Reaktion zu beginnen und sie bei der niederen Konzentration zu beenden.

Es erweist sich bei dem erfindungsgemäßen Verfahren als günstig, daß für die Kupplung eine geringere Konzentration an Ethanol erforderlich ist als für die Fällung. Dadurch erübrigt sich eine nochmalige Zugabe von Ethanol zur Suspension der Kupplungskomponente vor der Kupplung. Die weiteren Reaktionsbedingungen, wie die Temperatur während der Fällung bzw. Kupplung sowie der pH-Wert bei diesen Reaktionen, entsprechen denen bekannter Verfahren und Arbeitspraktiken. Das Pigment fällt nach diesem erfindungsgemäßen Verfahren bereits in einem grünstichig-gelben Farbton an, der durch die übliche Nachbehandlung z. B. durch Erwärmen mit Nitrobenzen noch reiner wird. Der Effekt des Ethanol war hier außerordentlich überraschend, weil bei dem bereits genannten japanischen Patent das Nitrobenzen ein polar aprotisches Lösungsmittel ist und damit völlig andere Eigenschaften hat als Ethanol, das ein polar protisches Lösungsmittel darstellt. Auch andere Alkohole wie Methanol oder das in vielen Fällen mit sehr gutem Erfolg einsetzbare Ethylglykol sind nicht geeignet. Man erhält in diesen Fällen nach der Kupplung, ebenso wie ohne Ethanol, nur mißfarbene, gelbbraune Pigmente, die einen hohen Aufwand für die Nachbehandlung erfordern.

Anwendungsbeispiele

Beispiel 1

30,8 g 2,5-Dimethoxysulfanilanilid werden ca. 30 min lang in einer Mischung aus 150 ml Wasser und 30 ml Salzsäure der Dichte 1,160 angeschlämmt. Durch Zutropfen einer Lösung von 7 g NaNO_2 in 30 ml Wasser wird in 30 min diazotiert. 1 Stunde wird nachgerührt. Die Temperatur ist 10°C. 28,5 g Acetessig-2,5-dimethoxy-4-chloranilid werden in 100 ml Wasser und 13 ml NaOH der Dichte 1,331 unter Rühren bei Raumtemperatur gelöst. Es entsteht eine klare Lösung. Diese tropft in eine vorgelegte Mischung aus 400 ml Wasser, 400 ml Ethanol, 2 g Dispergator auf Basis eines oxethylierten Fettalkohols, 10 ml Eisessig und 125 g

Eis. Es entsteht eine weiße Fällung. Nach Zugabe von 50 ml Na-Acetat-Lösung der Dichte 1,125 wird auf 35°C erhitzt und innerhalb 1 Stunde tropft die Diazolösung zu. Der pH-Wert wird bei 5 gehalten. Nach Ende der Kupplungsreaktion wird die Pigmentsuspension filtriert und mit Wasser oder Ethanol/Wasser nachgewaschen. Es resultiert ein grünstichig-gelber Pigmentteig, der bei 60 bis 80°C getrocknet werden kann, ohne daß der Farbton sich wesentlich ändert. Verfährt man dagegen nach DT-OS 2312421, Beispiel 4, indem man sowohl die Diazotierung als auch die Kupplungsreaktion in Gegenwart von Nitrobenzen durchführt und die gebildete Pigmentsuspension noch 30 min auf 60°C erwärmt, so erhält man ein Produkt mit wesentlich trüberen, stark rotstichigem Farbton und einem Deckvermögen, das bis zu 50% geringer ist. Dieses Pigment hat auch nur eine etwa halb so große Farbstärke wie nach der oben beschriebenen Arbeitsweise.