



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **236 542 A1**4(51) **C 09 B 67/48****AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN**

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 09 B / 275 607 5

(22) 26.04.85

(44) 11.06.86

(71) Martin-Luther-Universität Halle–Wittenberg, 4020 Halle, Universitätsplatz 10, DD

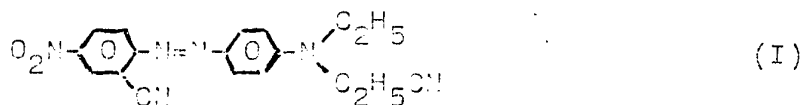
(72) Wolf, Friedrich, Prof. Dr. Dipl.-Chem.; Koch, Ursula, Dr. Dipl.-Chem.; Modrow, Hans-Walter, Dipl.-Chem.; Scheil, Adelheid, Dipl.-Chem., DD

(54) **Verfahren zur Herstellung der färbestabilen β -Modifikation von C. I. Disperse Red 73**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung der färbestabilen β -Modifikation von C. I. Disperse Red 73. Aufgabe der Erfindung ist die Umwandlung der α - in die β -Modifikation durch einen geeigneten Zusatzstoff. Erfindungsgemäß wird die färbestabile β -Modifikation von C. I. Disperse Red 73 erhalten, wenn die bei der Synthese anfallende α -Modifikation in wäßriger Suspension unter Zusatz von 0,01 bis 0,3 Vol.-% eines aromatischen, mit Wasser nicht mischbaren und über 373 K siedenden Lösungsmittels erhitzt wird, gegebenenfalls unter Druck über 373 K. Die β -Modifikation wird zur Färbung synthetischer Fasern (Polyester) verwendet.

Erfindungsansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung der färbestabilen β -Modifikation des Farbstoffes C.I. Disperse Red 73 der Formel

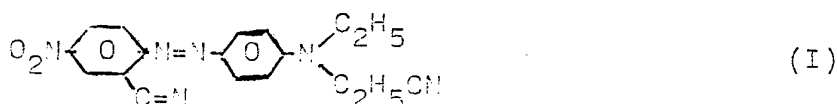


durch Kupplung von diazotiertem 2-Cyano-4-nitranilin mit N-Ethyl-N- β -cyanethylanilin, **gekennzeichnet dadurch**, daß die entstehende α -Modifikation in wäßriger Suspension unter Zusatz von 0,01 bis 0,3 Vol.-% eines aromatischen, mit Wasser nicht mischbaren und über 373 K siedenden Lösungsmittels erhitzt wird.

2. Verfahren zur Herstellung der färbestabilen β -Modifikation des Farbstoffes C.I. Disperse Red 73 nach Punkt 1., **gekennzeichnet dadurch**, daß als aromatische Lösungsmittel Toluol, o- oder p-Xylen oder Chlorbenzen verwendet werden.
3. Verfahren zur Herstellung der färbestabilen β -Modifikation des Farbstoffes C.I. Disperse Red 73 nach Punkt 1. bis 2., **gekennzeichnet dadurch**, daß bei Temperaturen von 353 bis 373 K, gegebenenfalls unter Druck über 373 K gearbeitet wird.
4. Verfahren zur Herstellung der färbestabilen β -Modifikation des Farbstoffes C.I. Disperse Red 73 nach Punkt 1. bis 3., **gekennzeichnet dadurch**, daß die Suspension 30 bis 120 min erhitzt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

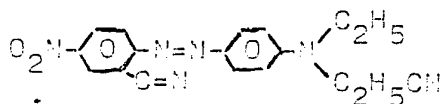
Die Erfindung betrifft die Herstellung der färbestabilen β -Modifikation des Dispersionsfarbstoffes C.I. Disperse Red 73 der Formel



durch thermische Behandlung in wäßriger Suspension. Die β -Modifikation wird zum Färben synthetischer Fasern, insbesondere für Polyesterfasern, verwendet.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Der Farbstoff der Formel



ist aus der DE-OS 12 20 824 bekannt. Bei der Synthese durch Kupplung einer mineral-sauren Lösung von diazotiertem 2-Cyano-4-nitranilin mit N-Ethyl-N- β -cyanethylanilin fällt er in der färbestabilen α -Modifikation aus. Die Umwandlung in die färbestabile β -Modifikation erfolgt gemäß DE-OS 22 49 739 durch Erhitzen in wäßriger Suspension auf 333–403 K oder durch Naßmahlung bei erhöhter Temperatur unter Zugabe von Dispergiermitteln. Der wäßrigen Suspension können 5 bis 60 Vol.-% eines organischen mit Wasser mischbaren Lösungsmittels zur Beschleunigung der Umwandlung zugesetzt werden. Bei der Isolierung des Farbstoffes durch Filtration fällt damit ein durch organisches Lösungsmittel und hohe Farbstoffkonzentrationen belastetes Abwasser an.

Der gemäß DE-OS 22 49 739 isolierte Farbstoff in der β -Modifikation läßt sich schwerer mahlen als die ursprüngliche α -Modifikation. Die Aufziehgeschwindigkeit beim Färben ist bei dieser β -Modifikation wegen der geringeren Löslichkeit langsamer als bei der leichter löslichen α -Modifikation.

Es sind auch Versuche unternommen worden (KTK-JP 58 160 357), die Modifikationsumwandlung durch Zugabe von 5 bis 60 Vol.-% aromatischen Lösungsmitteln zu erreichen. Nach unseren Untersuchungen wird dadurch aber bevorzugt die α -Modifikation erhalten. Außerdem müssen die zugesetzten aromatischen Lösungsmittel durch eine aufwendige Vakuumdestillation entfernt werden.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die β -Modifikation des Farbstoffes der Formel I nach einem verbesserten und für den technischen Einsatz geeigneten Verfahren bei kurzen Umwandlungszeiten, unter Vermeidung von Abwasserbelastung und mit verbesserter Mahlbarkeit herzustellen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die Umwandlung der α - in die β -Modifikation von C.I. Disperse Red 73 mit einem geeigneten Zusatzstoff zu erreichen.

Erfindungsgemäß wird die färbestabile Modifikation von I erhalten, wenn die bei der Synthese anfallende α -Modifikation von I in wäßriger Suspension unter Zusatz von 0,01 bis 0,3 Vol.-% eines aromatischen, mit Wasser nicht mischbaren und über 373 K siedenden Lösungsmittels erhitzt wird, gegebenenfalls unter Druck über 373 K.

Verglichen mit der Umwandlungszeit in reinem Wasser verkürzt sich die zur vollständigen Umwandlung in die β -Modifikation notwendige Zeit um 30 bis 50 % und beträgt 30 bis 120 min. Das Suspensionsmedium enthält nach dem Abkühlen nur einen geringen Anteil an gelöstem Farbstoff und ist nicht so stark gefärbt wie bei Zusatz von mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmitteln. Das Filtrat des durch Filtration isolierten Farbstoffes enthält keine aromatischen Kohlenwasserstoffe, wodurch aufwendige Trennoperationen entfallen:

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte β -Modifikation von C.I. Disperse Red 73 ist nach dem Röntgendiagramm identisch mit der in DE-OS 22 49 739 angegebenen β -Modifikation, weist aber ein spröderes Korn auf und besitzt eine etwa doppelt so hohe Löslichkeit in Wasser. Bei den aromatischen Lösungsmitteln kann es sich beispielsweise um Chlorbenzen, o- oder p-Xylen oder Toluol handeln.

Der durch Filtration isolierte Farbstoff wird in üblicher Weise einer Naßfeinstmahlung in Gegenwart von Dispergatoren unterworfen. Die Mahlzeit entspricht der von der α -Modifikation und braucht nicht wie bisher bei der β -Modifikation verlängert zu werden. Die erhaltene Dispersion ändert beim Erhitzen auf 373 K ihre Teilchengrößenverteilung nur in dem für die Textilfärbung zulässigen Bereich. Eine drastische Ostwaldreifung wie bei der α -Modifikation tritt nicht ein. Durch den sehr geringen Gehalt an aromatischen Kohlenwasserstoffen steigt die Löslichkeit der β -Modifikation auf etwa den doppelten Wert an.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

10 Masseteile des Farbstoffes der Formel I in der α -Modifikation werden mit 100 Masseteilen Wasser, die 0,1 Masseteile Chlorbenzen enthalten, 1 h auf 373 K erhitzt. Der Farbstoff liegt nach dieser Zeit vollständig in der β -Modifikation vor. Er läßt sich leicht abfiltrieren und wird dann unter Zusatz von Dispergatoren nach üblichen Methoden einer Naßfeinstmahlung in einer Perlmühle unterworfen und anschließend im Zerstäubungstrockner getrocknet.