

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

72 650

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Kl. 22a,43/12

Zgłoszono: 26.07.1969 (P. 135 057)

Pierwszeństwo: _____

MKP C09b 43/12

Zgłoszenie ogłoszono: 31.10.1972

Opis patentowy opublikowano: 25.11.1974

Twórcy wynalazku: Wiesław Cherasko, Andrzej Kujawski, Lech Wojciechowski
Uprawniony z patentu tymczasowego: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu
Barwników, Zgierz (Polska)

Sposób wytwarzania nowych pigmentów azowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych pigmentów azowych o ogólnym wzorze 1, w którym R oznacza resztę składnika biernego, zawierającego grupę karboksylową, a nie zawierającego innych grup, powodujących rozpuszczalność w wodzie, Ar oznacza resztę składnika czynnego barwników azowych o jednym pierścieniu fenyłowym, a Y oznacza atom wodoru, resztę $\text{Ar}'\text{-NH-CO-}$, w której Ar' oznacza resztę aniliny lub jej pochodnej, nie zawierającej grup, powodujących rozpuszczalność w wodzie albo ugrupowanie o wzorze ogólnym 2, w którym Ar i R posiadają podane wyżej znaczenia.

Sposobem według wynalazku wytwarza się opisane wyżej pigmenty na drodze kondensacji 2- lub 3-aminoakrydonu w stosunku molowym 1 : 1 lub 2 : 1 z chlorkiem kwasowym barwnika mono- lub disazowego, otrzymanego przez sprzęganie zdwuazowanej aniliny lub jej pochodnej, nie zawierającej grup, nadających cząsteczce rozpuszczalność w wodzie albo przez sprzęganie tetrazowanej benzydiny lub jej pochodnej, nie zawierającej grup, powodujących rozpuszczalność w wodzie, ze składnikiem biernym, nie zawierającym oprócz grupy karboksylowej innych grup, powodujących rozpuszczalność w wodzie albo w przypadku, gdy w wytwarzanym pigmentcie Y oznacza resztę $\text{Ar}'\text{-NH-CO-}$ a R oznacza resztę kwasu β -hydroksynaftoesowego — na drodze kondensacji aniliny lub jej pochodnej, nie zawierającej grup, nadających cząsteczce rozpuszczalność w wodzie, z chlorkiem kwasowym barwnika monoazowego, otrzymanego przez sprzęganie zdwuazowanej pochodnej aniliny, zawierającej grupę karboksylową i nie zawierającej innych grup, powodujących rozpuszczalność w wodzie, z produktem kondensacji kwasu β -hydroksynaftoesowego z 2- lub 3-aminoakrydonem, przy czym w przypadku gdy Y oznacza atom wodoru, a R oznacza resztę kwasu β -hydroksynaftoesowego — kondensuje się ewentualnie z 2- lub 3-aminoakrydon z kwasem β -hydroksynaftoesowym, a otrzymany produkt sprzęga następnie znanym sposobem ze zdwuazowaną pochodną aniliny, nie zawierającą grup, nadających cząsteczce rozpuszczalność w wodzie.

Opisane powyżej reakcje kondensacji prowadzi się w środowisku rozpuszczalników organicznych w obecności środków wiążących chlorowodór, jak pirydyna, mocznik itp.

Otrzymywane sposobem według wynalazku pigmenty barwią tworzywa sztuczne w zakresie barw od żółtej do czerwonej, przy czym wybarwienia odznaczają się wysokimi odpornościami na działanie rozpuszczalników i czynników termicznych i nie wykazują zjawiska migracji.

Wynalazek ilustrują, nie ograniczając zakresu jego stosowania, następujące przykłady, w których części oznaczają części wagowe, a stopnie temperatury podane są w stopniach Celsjusza:

Przykład I. 32,2 części barwnika azowego, otrzymanego z 1 mola zdwuazowanej aniliny i 1 mola 1-(karboksyfenilo)-3-metylopirazolonu-5, ogrzewa się w 300 częściach chlorobenzenu i 2,5 częściach dwumetyloformamidu do temperatury 95–100°, po czym wkrapla się w tej temperaturze w ciągu 15 minut 16,4 części chlorku tionylu. Masę reakcyjną miesza się następnie w ciągu 2 godzin w temperaturze 100–110°, po czym chłodzi się ją do temperatury 80° i sączy. Wyodrębniony osad przemywa się na sączku chlorobenzenem. Otrzymaną w ten sposób pastę chlorku kwasowego barwnika azowego ogrzewa się w 100 częściach chlorobenzenu do temperatury 100° i dodaje 23 części 3-aminoakrydonu i 1 część pirydyny. Uzyskaną zawiesinę ogrzewa się w ciągu 12 godzin w temperaturze 130–132°. Osad odsącza się na gorąco i przemywa gorącym chlorobenzenem, a następnie metanolem i wodą. Po wysuszeniu otrzymuje się żółty pigment.

Przykład II. 37 części barwnika azowego, otrzymanego z 1 mola zdwuazowanej 6-chloro-o-toluidyny i 1 mola 1-(karboksyfenilo)-3-metylopirazolonu-5, przeprowadza się w chlorek kwasowy i kondensuje z 23 częściami 2-aminoakrydonu w sposób opisany w przykładzie I. Osad odsącza się, przemywa gorącym chlorobenzenem, a następnie metanolem i wodą. Po wysuszeniu otrzymuje się żółty pigment.

Przykład III. 36,1 części barwnika azowego, otrzymanego z 1 mola zdwuazowanej 2,5-dwuchloroaniliny i 1 mola kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego, przeprowadza się w chlorek kwasowy i kondensuje 3-aminoakrydonem w sposób opisany w przykładzie I. Osad odsącza się, przemywa chlorobenzenem, a następnie metanolem i wodą. Po wysuszeniu otrzymuje się czerwony pigment.

Przykład IV. 38 części 2-(2'-hydroksy-3'-naftoilo)-aminoakrydonu sprzęga się z 10,6 częściami zdwuazowanej 4-chloro-o-toluidyny. Osad odsącza się, przemywa wodą, a następnie metanolem. Po wysuszeniu otrzymuje się czerwony pigment.

Przykład V. 52,8 części barwnika azowego, otrzymanego z 1 mola zdwuazowanego kwasu p-aminobenzoowego i 1 mola 3-(2'-hydroksy-3'-naftoilo)-aminoakrydonu, przeprowadza się w chlorek kwasowy i kondensuje z 11 częściami 4-chloro-o-toluidyny w sposób opisany w przykładzie I. Osad odsącza się, przemywa chlorobenzenem a następnie metanolem i wodą. Po wysuszeniu otrzymuje się oranżowy pigment.

Przykład VI. 56,2 części barwnika azowego, otrzymanego z 1 mola zdwuazowanego kwasu 3-amino-4-chlorobenzoowego i 1 mola 2-(2'-hydroksy-3'-naftoilo)-aminoakrydonu przeprowadza się w chlorek kwasowy i kondensuje z 95 częściami aniliny w sposób opisany w przykładzie I. Osad odsącza się, przemywa chlorobenzenem, a następnie metanolem i wodą. Po wysuszeniu otrzymuje się czerwony pigment.

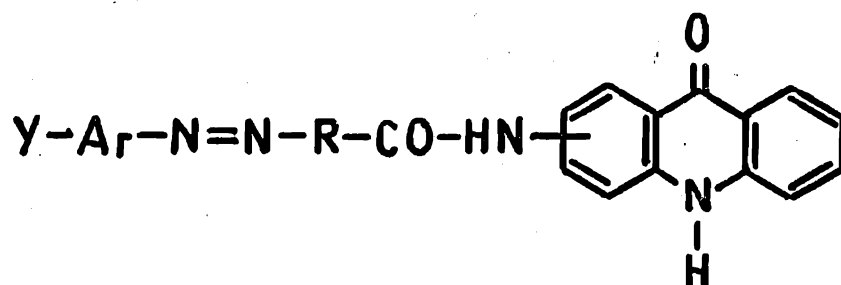
Przykład VII. 58,2 części barwnika azowego, otrzymanego z 1 mola tetrazowanej benzydyny i 2 moli kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego, przeprowadza się w chlorek kwasowy i kondensuje z 46 częściami 3-aminoakrydonu w sposób opisany w przykładzie I. Otrzymuje się pigment barwy oranżowej.

W identyczny sposób otrzymuje się pigmenty czerwone przez zastosowanie zamiast benzydyny o-tolidyny, 3,3'-dwuchlorobenzydyny lub o-dwuanizydyny.

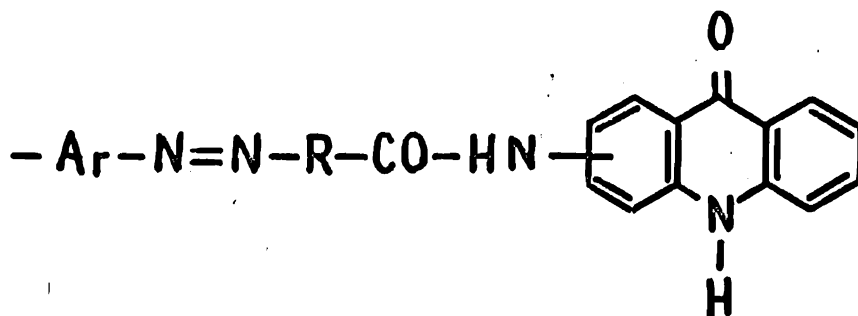
Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania nowych pigmentów azowych o ogólnym wzorze 1, w którym R oznacza resztę składnika biernego, zawierającego grupę karboksylową, a nie zawierającego innych grup, powodujących rozpuszczalność w wodzie, Ar oznacza resztę składnika czynnego barwników azowych o jednym pierścieniu fenyłowym, a Y oznacza atom wodoru, resztę Ar'-NH-CO-, w której Ar' oznacza resztę aniliny lub jej pochodnej, nie zawierającej grup, powodujących rozpuszczalność w wodzie albo ugrupowanie o wzorze ogólnym 2, w którym Ar i R posiadają wyżej podane znaczenia, znamienny tym, że 2- lub 3-dwuaminoakrydon kondensuje się w stosunku molowym 1 : 1 lub 2 : 1 z chlorkiem kwasowym barwnika mono- lub disazowego, otrzymanego przez sprzęganie zdwuazowanej aniliny lub jej pochodnej, nie zawierającej grup, nadających cząsteczce rozpuszczalność w wodzie albo przez sprzęganie tetrazowanej benzydyny lub jej pochodnej, nie zawierającej grup, nadających cząsteczce rozpuszczalność w wodzie, ze składnikiem biernym, nie zawierającym oprócz grupy karboksylowej innych grup, powodujących rozpuszczalność w wodzie lub w przypadku, gdy w wytwarzanym pigmentcie Y oznacza resztę Ar'-NH-CO-, a R oznacza resztę kwasu β -hydroksynaftoesowego – kondensuje się anilinę lub jej pochodną, nie zawierającą grup, nadających cząsteczce rozpuszczalność w wodzie, z chlorkiem kwasowym barwnika monoazowego, otrzymanego przez sprzęganie zdwuazowanej pochodnej aniliny, zawierającej grupę karboksylową i nie zawierającej innych grup, powodujących rozpuszczalność w wodzie, z produktem kondensacji kwasu β -hydroksynaftoesowego z 2- lub 3-aminoakrydonem, lub w przypadku, gdy Y oznacza atom wodoru, a R oznacza resztę kwasu β -hydroksynaftoesowego – kondensuje się ewentualnie 2- lub 3-aminoakrydon z kwasem β -hydroksynaftoesowym, a otrzymany produkt sprzęga następnie znanym sposobem ze zdwuazowaną pochodną aniliny, nie zawierającą grup, nadających cząsteczce rozpuszczalność w wodzie.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że reakcje kondensacji prowadzi się w środowisku rozpuszczalnika organicznego w obecności środka wiążącego chlorowodór, jak pirydyna, mocznik itp.



Wzór 1



Wzór 2