



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤① Int. Cl.³: C 09 B 29/30
C 09 B 35/029



Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ PATENTSCHRIFT A5

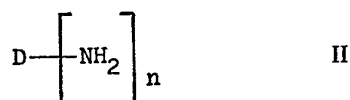
⑪

623 345

⑳① Gesuchsnummer:	1338/77	⑦③ Inhaber:	Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen (DE)
⑳② Anmeldungsdatum:	03.02.1977		
⑳③ Priorität(en):	07.02.1976 DE 2604866	⑦② Erfinder:	Dr. Horst Jäger, Leverkusen (DE)
⑳④ Patent erteilt:	29.05.1981		
④⑤ Patentschrift veröffentlicht:	29.05.1981	⑦④ Vertreter:	E. Blum & Co., Zürich

⑤④ Verfahren zur Herstellung von isomerenfreien o-Kupplungsprodukten des 1-Oxy-6-amino-3-sulfonaphthalins.

⑤⑦ Isomerenfreie o-Kupplungsprodukte des 1-Oxy-6-amino-3-sulfonaphthalins werden erhalten, indem man ein diazotiertes oder tetrazotiertes Amin der Formel



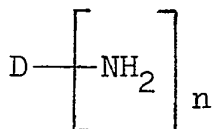
worin

D den Rest einer Diazo- oder Tetrazokomponente und n 1 oder 2 bedeuten,
mit 1-Oxy-6-amino-3,5-disulfonaphthalin kuppelt und die erhaltene Verbindung mit Säure behandelt.

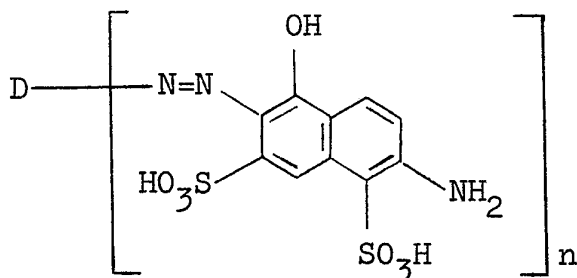
Die erhaltenen Produkte können als Farbstoffe verwendet oder weiter umgesetzt werden, beispielsweise mit Phosgen zu I-Säureharnstoff-Farbstoffen oder mit faserreaktiven Acylverbindungen zu Reaktivfarbstoffen.

PATENTANSPRUCH

Verfahren zur Herstellung von isomerenfreien o-Kupplungsprodukten des 1-Oxy-6-amino-3-sulfonaphthalins, dadurch gekennzeichnet, dass man ein diazotiertes oder tetrazotiertes Amin der Formel

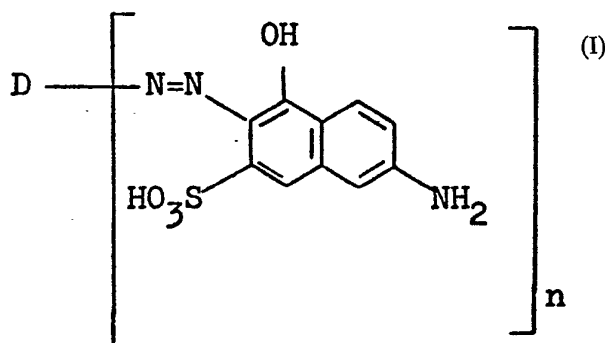


worin D den Rest einer Diazo- oder Tetrazokomponente und n 1 oder 2 bedeuten, mit 1-Oxy-6-amino-3,5-disulfonaphthalin zu einer Verbindung der Formel



kuppelt und diese mit Säure behandelt.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von isomerenfreien o-Kupplungsprodukten der I-Säure der allgemeinen Formel



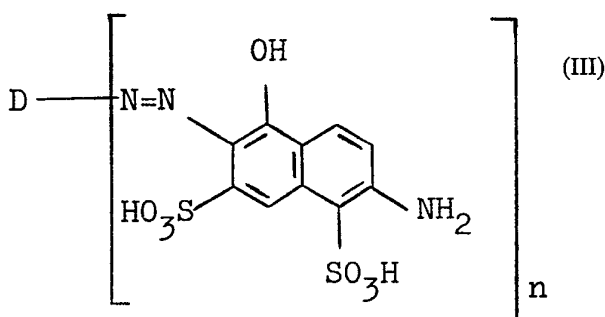
worin

D den Rest einer Diazo- oder Tetrazokomponente und n 1 oder 2 bedeuten, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass man ein diazotiertes oder tetrazotiertes Amin der Formel



worin

D und n die angegebene Bedeutung haben, mit 1-Oxy-6-amino-3,5-disulfonaphthalin zu einer Verbindung der Formel



kuppelt und diese mit Säure behandelt.

1-Oxy-6-amino-3,5-disulfonaphthalin und die Farbstoffe (III) sind beispielsweise aus den Deutschen Patentschriften 80 878, 88 846, 92 469, 92 708, 177 178, 198 102, 117 950, 169 732 bekannt.

Geeignete Amine (II) sind beispielsweise:

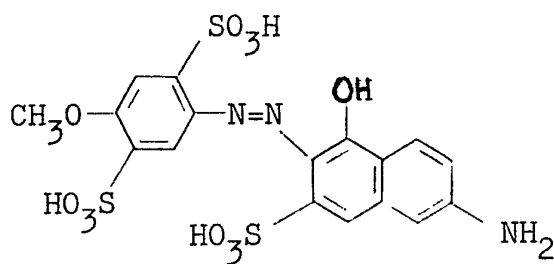
1-Amino-2-sulfobenzol, 1-Amino-3-sulfobenzol, 1-Amino-4-sulfobenzol, 1-Amino-2,4-disulfobenzol, 1-Amino-2,5-disulfobenzol, 1-Amino-2-methoxy-5-sulfobenzol, 1-Amino-2-methoxy-4-sulfobenzol, 1-Amino-4-methoxy-2,5-disulfobenzol, 1-Amino-4-amino-2,5-disulfobenzol, 1-Amino-2-methoxybenzol, 1-Amino-2-sulfo-4-methylbenzol, 1-Amino-2-sulfo-4-chlorbenzol, 1-Amino-2-sulfo-4,5-dichlorbenzol, 1-Amino-2-sulfo-4-nitrobenzol, 1-Amino-2-sulfo-4,6-dimethylbenzol, Anilin, o-Toluidin, 1-Amino-2-sulfo-4,5-dimethylbenzol, 1-Amino-4-sulfonaphthalin, 1-Amino-2,4-disulfonaphthalin, 1-Amino-2,5,7-trisulfonaphthalin, 1-Amino-2,4,6-trisulfonaphthalin, 2-Amino-1-sulfonaphthalin, 2-Amino-1,5-disulfonaphthalin, 2-Amino-3,6-disulfonaphthalin, 2-Amino-4,8-disulfonaphthalin, 2-Amino-6,8-disulfonaphthalin, 2-Amino-1,5,7-trisulfonaphthalin, 2-Amino-3,6,8-trisulfonaphthalin, 2-Amino-4,8-disulfo-6-nitronaphthalin, 1-Amino-4-nitro-6-sulfonaphthalin, 2-Amino-6-sulfonaphthalin, 2-Amino-8-sulfonaphthalin, 1-Amino-6-sulfonaphthalin, Dehydrothio-p-toluidinsulfonsäure, Dehydrothio-p-toluidindisulfonsäure, 4'-Aminoazobenzol-4-sulfonsäure, 4'-Aminoazobenzol-3',4-disulfonsäure, 4,4'-Diaminobiphenyl, 3,3'-Dichlor-4,4'-diaminobiphenyl, 4,4'-Diamino-3,3'-dimethoxybiphenyl, (4,4'-Diaminobiphenyl-3,3')-bis-glykolsäure, 4,4'-Diaminobiphenyl-3,3'-dicarbonsäure, 4,4'-Diaminodiphenylamin-2-sulfonsäure, 4,4'-Diamino-biphenyl-2,2'-disulfonsäure, 4,4'-Diaminobiphenyl-3,3'-disulfonsäure, 4-Amino-1-phenoxybenzol-2-sulfonsäure, 4,4'-Diaminodiphenyläther-2-sulfonsäure, 4'-Amino-2,3'-dimethylazobenzol, 4-(4,8-Disulfonaphthalin-2-azo-2'-toluol-5'-azo)-o-toluidin, 6-Chlor-4'-amino-2,2'-dimethylazobenzol-4-sulfonsäure, 4'-p-Aminobenzamido-4-hydroxyazobenzol-3-carbonsäure, 4'-Amino-4-hydroxyazobenzol-3-carbonsäure, 4'-Amino-4-(5-sulfonaphthol[1,2-d]triazol-2-yl)stilben-2,2'-disulfonsäure.

Geeignete Säuren sind beispielsweise Salzsäure und Schwefelsäure. Die Konzentration kann in weiten Grenzen schwanken, vorzugsweise wird mit einer 5–10%igen wässrigen Säure gearbeitet. Die Säurebehandlung wird im Temperaturbereich von 50–130° C, vorzugsweise von 90–100° C ausgeführt. Nach der Behandlung mit Säure werden die Farbstoffe (I) in üblicher Weise beispielsweise durch Absaugen oder Aussalzen isoliert. Die Farbstoffe (I) können als solche verwendet oder weiter umgesetzt werden, beispielsweise mit Phosgen zu I-Säureharnstoff-Farbstoffen oder mit faserreaktiven Acylverbindungen zu Reaktivfarbstoffen.

Beispiel 1

28,3 g 1-Amino-2,5-disulfo-4-methoxybenzol werden in 500 ml Eiswasser angerührt und mit 28 ml konz. HCl und 70 ml 10%iger Natriumnitritlösung versetzt. Die Suspension der Diazoverbindung wird portionsweise in eine Vorlage aus 500 ml Wasser, 28 g Natriumbicarbonat und 31,9 g 1-Oxy-6-amino-3,5-disulfonaphthalin eingetragen. Nach der Kupplung erhält man einen klaren gelbstichig roten Farbstoff, der teilweise ausgefallen ist. Man setzt nun soviel konz. Salzsäure zu, dass eine 2n-Salzsäure resultiert und erwärmt 1 Stunde auf 100° C, wobei der Farbstoff in Lösung geht. Nach dem Abkühlen wird der Farbstoff durch Salzzugabe vollständig abgeschieden.

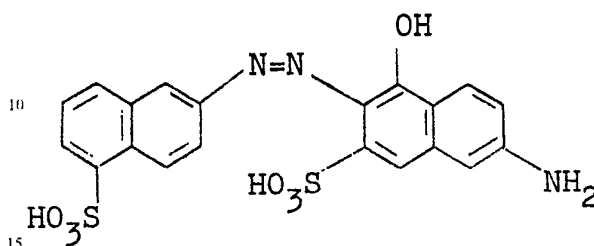
Nach dem Absaugen und Trocknen erhält man den Farbstoff, der in Form der freien Säure der Formel



entspricht, als rotes, in Wasser leicht lösliches Pulver.

Beispiel 2

30,3 g 2-Amino-1,5-disulfonaphthalin werden nach den Angaben von Beispiel 1 diazotiert und auf 1-Oxy-6-amino-3,5-



entspricht, als orangefarbenes, in Wasser leicht lösliches Pulver.