



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 08.02.77 (P. 195902)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 14.08.78

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1979

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
ul. ...

Int. Cl.² C09B 29/36

Twórcy wynalazku: Janusz Pawelec, Krystyna Balcerska, Andrzej Tyblewski, Wiesław Cherasko

Uprawniony z patentu: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników „Organika”, Zgierz (Polska)

Sposób otrzymywania nowych azowych pigmentów benzimidazolonowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowych azowych pigmentów benzimidazolonowych o ogólnym wzorze 1, w którym A oznacza ugrupowanie przedstawione za pomocą wzoru 2, X oznacza atom wodoru lub chloru, a Y oznacza atom wodoru lub grupę nitrową, przy czym w przypadku, gdy X oznacza atom wodoru — Y oznacza atom wodoru lub grupę nitrową, a w przypadku, gdy X oznacza atom chloru — Y oznacza atom wodoru. Pigmenty otrzymane sposobem według wynalazku przeznaczone są do barwienia tworzyw sztucznych i lakierów w zakresie barw od żółtej do oranżowej.

Sposobem według wynalazku zdwuazowaną aminę o ogólnym wzorze 3, w którym symbole X i Y mają wyżej podane znaczenie sprzęga się ze związkiem o ogólnym wzorze 4, w którym symbole X i Y mają wyżej podane znaczenie przy czym reakcję sprzęgania ewentualnie prowadzi się w obecności kationowych i/lub niejonowych środków powierzchniowo-czynnych. Wyodrębniony z masy po reakcji sprzęgania pigment poddaje się wygrzewaniu w środowisku wodnym w temperaturze 100—150°C pod zwiększonym ciśnieniem lub poddaje się wygrzewaniu w temperaturze wrzenia w rozpuszczalnikach organicznych takich jak: dwumetyloformamid, o-dwuchlorobenzen, ksylen, pirydyna.

Jako kationowe środki powierzchniowo-czynne korzystnie stosuje się produkt kwaternizacji alkoholu oleinoaminowego (Emulfor FM) produkt przyłączenia czwartorzędowego związku amoniowego i gliceryny (Roksol AT-2) albo mieszaninę oksyetylowanego kwasu tłuszczowego z oksyetylowanym amidem kwasu tłuszczowego (Roksol AW-23).

2

czowego z oksyetylowanym amidem kwasu tłuszczowego (Roksol AW-23).

Jako niejonowe środki powierzchniowo-czynne używa się korzystnie środki typu produktów przyłączenia tlenu etylenu do nasyconych alkoholi lub do nasyconych bądź nienasyconych kwasów tłuszczowych albo do alkilofenoli takie jak: Rokanol ŁO-18, Rokacet 0-7, Rokanol L lub środki zawierające oleje metylosilikonowe, jak np. Aquasil E.

Otrzymane sposobem według wynalazku pigmenty odznaczają się dobrymi odpornościami na migrację, światło i czynniki termiczne.

Wynalazek ilustrują, nie ograniczając jego zakresu, następujące przykłady, w których części i procenty oznaczają części i procenty wagowe, a stopnie temperatury podano w stopniach Celsjusza:

Przykład I. 4 Części 5-aminobenzimidazolonu-2 zawieszają się w 100 częściach wody, dodaje 11 części 30% kwasu solnego i miesza do rozpuszczenia. Do otrzymanego roztworu dodaje się 50 części lodu i dwuazuje w ciągu 30 minut wprowadzając 1,8 części azotynu sodowego rozpuszczonego w 20 częściach wody, po czym nadmiar obecnego w środowisku reakcji kwasu azotawego rozkłada się dodając mocznik, a następnie roztwór związku dwuazoniowego przesącza się z węglem aktywnym. Oddzielnie rozpuszcza się 6,5 części 5-acetoacetyloaminobenzimidazolonu-2 w 100 częściach wody z dodatkiem 2,1 części stałego wodorotlenku sodowego i odfiltruje całość z węglem aktywnym. Otrzymany przesącz zakwasza się kwasem octowym lodowatym do pH=7—8 i do-

daje 0,1 części niejonowego środka powierzchniowo-czynnego Rokanolu ŁO-18. Do otrzymanej w powyższy sposób zawiesiny składnika biernego wkrapla się otrzymany roztwór składnika czynnego. Sprzęganie prowadzi się w temperaturze 10—15° w ciągu 1 godziny, po czym uzyskany produkt odfiltrowuje się i pastę pigmentu rozmieszaną w 100 częściach dwumetyloformamidu poddaje się wygrzewaniu w temperaturze 110—130°. Otrzymuje się 9 części zielonkawożółtego pigmentu o temperaturze topnienia 350°.

Przykład II. Postępując sposobem opisanym w przykładzie I używając jako składnika czynnego 4,6 części 5-amino-7-chlorobenzimidazolonu-2 oraz prowadząc reakcję sprzęgania bez dodatku środków powierzchniowo-czynnych, otrzymaną pastę pigmentu poddaje się wygrzewaniu w o-dwuchlorobenzenie. Otrzymuje się 9,2 części żółtego pigmentu odpornego na temperaturę do 350°.

Przykład III. 4,85 Części 5-amino-6-nitrobenzimidazolonu-2 dwuazuje się sposobem opisanym w przykładzie I, a otrzymany roztwór związku dwuazoniowego wkrapla się do zawiesiny składnika biernego uzyskanego sposobem opisanym w przykładzie I, przy użyciu jako środka powierzchniowo-czynnego 0,1 części oleju metylosilikonowego. Otrzymaną pastę pigmentu zawiesza się w 100 częściach wody i wygrzewa pod ciśnieniem w temperaturze 150°. Otrzymuje się 8 części oranżowego pigmentu odpornego na temperaturę do 350°.

Przykład IV. Postępując sposobem opisanym w przykładzie I, stosując jako składnik czynny 5-amino-benzimidazolon-2, a jako składnik bierny — 6,8 części 5-acetyloamino-7-chlorobenzimidazolonu-2, reakcję sprzęgania prowadzi się w obecności 0,1 części niejonowego środka powierzchniowo-czynnego Rokanolu L. Otrzymuje się 8,6 części żółtego pigmentu, odpornego na temperaturę do 350°.

Przykład V. Postępując sposobem opisanym w przykładzie I, stosując jako składnik czynny 4,6 części 5-amino-7-chlorobenzimidazolonu-2, a jako składnik bierny — 6,8 części 5-acetoacetyloamino-7-chlorobenzimidazolonu-2, proces sprzęgania prowadzi się w obecności 0,1 części niejonowego środka powierzchniowo-czynnego Rokacetu O-7. Otrzymuje się 9,3 części oranżowego pigmentu, nie topiącego się do temperatury 350°.

Przykład VI. Postępując sposobem opisanym w przykładzie I, stosując jako składnik czynny 4,85 części 5-amino-6-nitrobenzimidazolonu-2, a jako składnik bierny — 6,8 części 5-acetoacetyloamino-7-chlorobenzimidazolonu-2, reakcję sprzęgania prowadzi się w obecności 0,2 części wodnej emulsji oleju metylosilikonowego (Aquisil E). Otrzymuje się 8,5 części oranżowego pigmentu, nie topiącego się do temperatury 350°. Otrzymaną pastę pigmentu zawiesza się w 100 częściach wody i wygrzewa pod ciśnieniem w temperaturze 150°.

Przykład VII. Postępując sposobem opisanym w przykładzie I, przy czym zamiast użytego we wskazanym wyżej przykładzie, Rokanolu ŁO-18, stanowiącego produkt przyłączenia tlenu etylenowego do nasyconego alkoholu tłuszczowego, używa się 0,1 części produktu kwaternizacji alkoholu oleino-aminowego. Emulfor (FM), a otrzymaną po sprzęganiu pastę pigmentu wygrzewa się w temperaturze 120—160° w glikolu etylenowym. Otrzymuje się 9 części żółtego pigmentu, nie topiącego się do temperatury 350°.

Przykład VIII. Postępując sposobem opisanym w przykładzie I, przy czym zamiast użytego we wskazanym wyżej przykładzie Rokanolu ŁO-18, stanowiącego produkt przyłączenia tlenu etylenowego do nasyconego alkoholu tłuszczowego, używa się 0,1 części produktu przyłączenia czwartorzędowego związku amoniowego i gliceryny (Roksol AT-2), a otrzymaną po sprzęganiu pastę pigmentu wygrzewa się w pirydynie w temperaturze 100—110°. Otrzymuje się 9 części żółtego pigmentu, nie topiącego się do temperatury 350°.

Przykład IX. Postępując sposobem opisanym w przykładzie I, przy czym zamiast użytego we wskazanym wyżej przykładzie Rokanolu ŁO-18, stanowiącego produkt przyłączenia tlenu etylenowego do nasyconego alkoholu tłuszczowego, stosuje się 0,1 części mieszaniny oksyetylowanego kwasu tłuszczowego z oksyetylowanym amidem kwasu tłuszczowego (Roksol AW-23), a otrzymaną po sprzęganiu pastę pigmentu wygrzewa się w ksylenie w temperaturze 130—150°. Otrzymuje się 9 części żółtego pigmentu, nie topiącego się do temperatury 350°.

Przykład X. Postępując sposobem opisanym w przykładzie II, przy czym zamiast użytego do wygrzewania we wskazanym wyżej przykładzie o-dwuchlorobenzenu stosuje się glikol etylenowy i prowadząc wygrzewanie w temperaturze 140—160°, otrzymuje się 9,2 części żółtego pigmentu, nie topiącego się do temperatury 350°.

Przykład XI. Postępując sposobem opisanym w przykładzie I reakcję sprzęgania prowadzi się w obecności 0,05 części niejonowego środka powierzchniowo-czynnego Rokacetu O-7 i 0,05 części kationowego środka powierzchniowo-czynnego Emulforu FM.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania nowych azowych pigmentów benzimidazolonowych o ogólnym wzorze 1, w którym A oznacza ugrupowanie przedstawione za pomocą wzoru 2, X oznacza atom wodoru lub chloru, a Y oznacza atom wodoru lub grupę nitrową, przy czym w przypadku, gdy X oznacza atom wodoru — Y oznacza atom wodoru lub grupę nitrową, a w przypadku, gdy X oznacza atom chloru — Y oznacza atom wodoru, **znamienny tym**, że zdwuazowaną aminę o ogólnym wzorze 3, w którym symbole mają wyżej podane znaczenia, sprzęga się ewentualnie w obecności kationowych i/lub niejonowych środków powierzchniowo-czynnych ze związkiem o ogólnym wzorze 4, w którym symbole mają wyżej podane znaczenia, po czym wyodrębniony z masy po reakcji sprzęgania pigment poddaje się wygrzewaniu w temperaturze 100—150°C w środowisku wodnym pod zwiększonym ciśnieniem lub środowisku rozpuszczalników organicznych, korzystnie w dwumetyloformamidzie, o-dwuchlorobenzenie, pirydynie, ksylenie, w temperaturze ich wrzenia.

2. Sposób otrzymywania nowych azowych pigmentów benzimidazolonowych według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako kationowe środki powierzchniowo-czynne stosuje się korzystnie produkt kwaternizacji alkoholu oleino-aminowego, produkt przyłączenia czwartorzędowego związku amoniowego i gliceryny albo mieszaninę oksyetylowanego kwasu tłuszczowego z oksyetylowanym amidem kwasu tłuszczowego.

3. Sposób otrzymywania nowych azowych pigmentów benzimidazolonowych według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako niejonowe środki powierzchniowo-czynne sto-

suje się produkty przyłączenia tlenku etylenu do nasyconych alkoholi lub do nasyconych bądź nienasyconych

kwasów tłuszczowych lub do alkilofenoli lub stosuje się środki zawierające oleje metylosilikonowe.

