



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

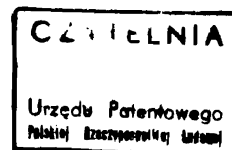
Int. Cl.⁴ C09B 29/24

Zgłoszono: 86 12 12 (P. 262976)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 87 12 14

Opis patentowy opublikowano: 89 06 30



Twórcy wynalazku: Wiktor Dawid, Jolanta Omąkowska, Romuald Skowroński,
Lidia Turafa

Uprawniony z patentu tymczasowego: Uniwersytet Łódzki,
Łódź (Polska)

Sposób otrzymywania nowych pigmentów pochodnych 2-amino-5-chlorobenzhydrołu

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowych pigmentów pochodnych 2-amino-5-chlorobenzhydrołu o ogólnym wzorze 1, w którym Ar oznacza resztę o ogólnym wzorze 2, w którym R₁ oznacza grupę fenylową, 2- i 3-chlorofenylową, 4-chloro-2,5-dimetoksyfenylową, 4-nitrofenylową lub 4-metylofenylową, resztę o ogólnym wzorze 3, w którym R₂ oznacza grupę fenylową, 4-chloro-, 4-bromo- lub 4-nitrofenylową bądź resztę o ogólnym wzorze 4, w którym R₃ oznacza grupę fenylową, 2-metylofenylową, 2-metoksyfenylową lub 3-nitrofenylową. Pigmenty te barwią różne tworzywa sztuczne, a zwłaszcza kauczuk i polichlorek winylu na kolory żółty, oranżowy, czerwony i bordo.

Sposobem według wynalazku diazuje się 2-amino-5-chlorobenzhydroł i sprzęga uzyskany związek diazoniowy z aryliem kwasu acetylooctowego, arylorem kwasu salicylowego lub aryliem kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego. Uzyskane pigmenty wydziela się w postaci bardzo drobno ziarnistej, w związku z czym po przemyciu wodą od soli nieorganicznych nie wymagają one dalszego oczyszczania. W przypadku stosowania jako składnika biernego aryliu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego uzyskuje się korzystnie wyniki, gdy do rozpuszczenia tego aryliu w roztworze wodorotlenku sodowego używa się niewielkiej ilości acetonu.

Otrzymywane sposobem według wynalazku nowe pigmenty odznaczają się bardzo dobrymi odpornościami na wodę i benzynę lakową, dobrymi odpornościami na alkohole i aceton oraz małą migracją w barwionych tworzywach.

Sposób według wynalazku ilustrują następujące przykłady, w których procenty oznaczają procenty wagowe, a stopnie temperatury podano w stopniach Celsjusza:

Przykład I. 23,4 g (0,1 mola) 2-amino-5-chlorobenzhydrołu rozpuszcza się w 30 cm³ lodowatego kwasu octowego i 30 cm³ stężonego kwasu solnego. Uzyskany roztwór chłodzi się w łaźni lodowej do temperatury około 10° i wkrapla do niego, energicznie mieszając, roztwór 8 g (0,12 mola) azotynu sodowego w 30 cm³ wody, utrzymując temperaturę poniżej 15°. Po 20 minutach dodaje się 0,2 g mocznika celem rozłożenia nadmiaru kwasu azotawego, po czym dodaje się 80 cm³

wody i sączy. Roztwór soli diazoniowej może być przechowywany w 2 temperaturze do 10° w ciągu kilkunastu godzin bez obawy rozkładu i w ciągu tego czasu powinien być użyty do sprzęgania.

Oddzielnie rozpuszcza się 20 g (0,1 mola) anilidu kwasu acetylooctowego w 160 cm³ wody, zawierających 16 g wodorotlenku sodowego. Do uzyskanego roztworu dodaje się następnie, energicznie mieszając, otrzymany opisany wyżej sposobem roztwór związku diazoniowego i ewentualnie taką ilość lodu, by temperatura masy reakcyjnej nie przekroczyła 15°. Proces sprzęgania przy mieszaniu trwa około 6 godzin. Wydzielony pigment odsącza się i przemywa zimną wodą. Otrzymuje się 36 g (82% wydajności) żółtego pigmentu.

Postępując sposobem opisany w przykładzie I, przy użyciu jako składników biernych pochodnych aryliidu kwasu acetylooctowego, otrzymuje się następujące pigmenty:

Tabela 1

Przykład nr	Podstawnik R ₁ we wzorze 2	Otrzymany pigment	Wydajność (%)
II	2-chlorofenyl	żółcień	90
III	3-chlorofenyl	żółcień	90
IV	4-metylofenyl	żółcień	85
V	4-nitrofenyl	żółcień	95
VI	4-chloro-2,5-dimetoksyfenyl	oranż	90

Otrzymane opisanymi wyżej sposobami pigmenty ulegają przy ogrzewaniu rozkładowi w temperaturze 180–200°.

Przykład VII. 21,3 g (0,1 mola) anilidu kwasu salicylowego rozpuszcza się w 400 cm³ wody, zawierającej 4 g (0,1 mola) wodorotlenku sodowego, dodaje 80 g (1 mol) octanu sodowego i w temperaturze do 10° wkrapla przy energicznym mieszaniu w ciągu 1 godziny roztwór związku diazoniowego otrzymany sposobem opisany w przykładzie I. Jednocześnie wkrapla się roztwór wodorotlenku sodowego w takiej ilości, by pH środowiska reakcji wynosiło 8–9. Sprzęganie prowadzi się w ciągu 6 godzin, po czym wydziela się pigment przez wysolenie. Otrzymuje się 36,7 g (80% wydajności) żółtooranżowego pigmentu.

Postępując sposobem opisany w przykładzie VII, przy użyciu jako składników biernych aryliidów kwasu salicylowego, otrzymuje się następujące pigmenty:

Tabela 2

Przykład nr	Podstawnik R ₂ we wzorze 3	Otrzymany pigment	Wydajność (%)
VIII	4-bromofenyl	oranż	90
IX	4-chlorofenyl	oranż (żółty)	90
X	4-nitrofenyl	oranż	90

Otrzymane wyżej opisanymi sposobami pigmenty ulegają przy ogrzewaniu rozkładowi w temperaturze około 200°.

Przykład XI. 28,6 g (0,1 mola) anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego, zwilżonego uprzednio 20 cm³ acetonu, rozpuszcza się w 200 cm³ wody zawierającej 6 g wodorotlenku sodowego.

Do ochłodzonego klarownego roztworu aryliidu wprowadza się w ciągu 1 godziny roztwór związku diazoniowego otrzymany sposobem opisany w przykładzie I. Sprzęganie prowadzi się w ciągu 3 godzin, po czym odsącza się pigment, przemywa wodą i suszy. Otrzymuje się 42,2 g (83% wydajności) czerwonego pigmentu.

Postępując sposobem opisany w przykładzie XI, przy użyciu jako składników biernych aryliidów kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego, otrzymuje się następujące pigmenty:

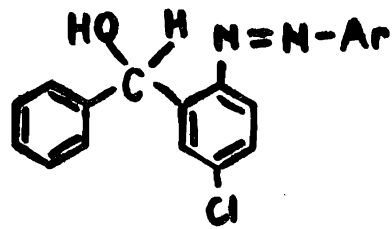
Tabela 3

Przykład nr	Podstawnik R ₃ we wzorze 4	Otrzymany pigment	Wydajność (%)
XII	2-metylofenyl	czerwień	73
XIII	2-metoksyfenyl	czerwień	82
XIV	3-nitrofenyl	bordo	80

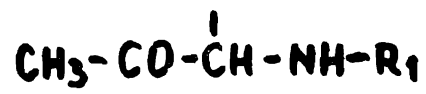
Otrzymane opisanymi wyżej sposobami pigmenty ulegają przy ogrzewaniu rozkładowi w temperaturze 180–200°.

Zastrzeżenie patentowe

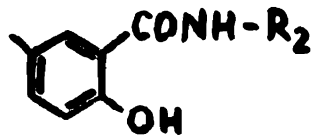
Sposób otrzymywania nowych pigmentów pochodnych 2-amino-5-chlorobenzhydrolu o ogólnym wzorze 1, w którym Ar oznacza resztę o ogólnym wzorze 2, w którym R₁ oznacza grupę fenyłową, 2- i 3-chlorofenyłową, 4-chloro-2,5-dimetoksyfenylową, 4-nitrofenylową lub 4-metylofenylową, resztę o ogólnym wzorze 3, w którym R₂ oznacza grupę fenyłową, 4-chloro-, 4-bromo- lub 4-nitrofenylową bądź resztę o ogólnym wzorze 4, w którym R₃ oznacza grupę fenyłową, 2-metylofenylową, 2-metoksyfenylową lub 3-nitrofenylową, **znamienny tym**, że 2-amino-5-chlorobenzhydrol diazuje się i sprzęga uzyskany związek diazoniowy z aryliem kwasu acetylooctowego, aryliem kwasu salicylowego lub aryliem kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego.



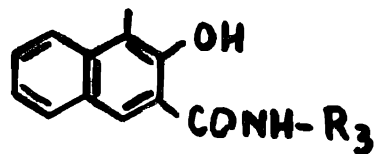
wzór 1



wzór 2



wzór 3



wzór 4