



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 236 541 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 / 275 606 7	(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
------	---

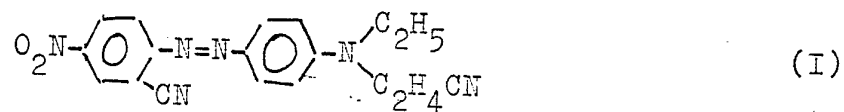
(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung der färbestabilen β -Modifikation von C. I. Disperse Red 73, die zur Färbung von synthetischen Fasern, insbesondere von Polyesterfasern, verwendet werden kann. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die bei der Synthese in bekannter Weise anfallende α -Modifikation überwiegend in fester Phase in die β -Modifikation umzuwandeln und die Umwandlung über die gelöste Phase zu unterdrücken. Erfindungsgemäß wird dies dadurch erreicht, daß die bei der Synthese anfallende färbestabile α -Modifikation in wäßrigen Lösungen anorganischer Salze suspendiert und diese Suspension erhitzt wird, gegebenenfalls unter Druck über 373 K.

Titel der Erfindung

Verfahren zur Herstellung der färbestabilen β -Modifikation von C.I. Disperse Red 73

Anwendungsgebiet der Erfindung

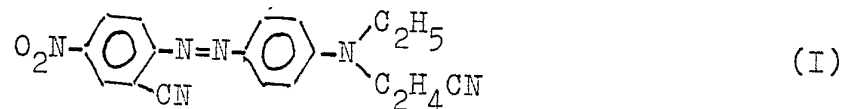
Die Erfindung betrifft die Herstellung der färbestabilen β -Modifikation des Dispersionsfarbstoffes C.I. Disperse Red 73 der Formel



aus der bei der bekannten Synthese anfallenden α -Modifikation. Die genannte β -Modifikation wird zur Färbung von synthetischen Fasern, insbesondere von Polyesterfasern, verwendet.

Charakterisierung der bekannten technischen Lösungen

Der Farbstoff der Formel

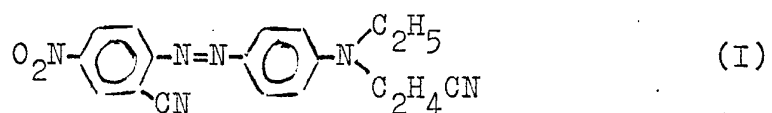


ist aus DE-OS 1 220 824 bekannt. Bei der Synthese durch Kupplung einer mineralsauren Lösung von diazotiertem 2-Cyano-4-nitranilin mit N-Ethyl-N- β -cyanmethylanilin fällt er in der färbeinstabilen α -Modifikation an. Die Umwandlung in die färbestabile β -Modifikation erfolgt gemäß DE-OS 2 249 739 durch Erhitzen in wässriger Suspension, gegebenenfalls unter Zugabe größerer Mengen eines mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmittels auf 333 bis 403 K oder durch Naßmahlung bei er-

höherer Temperatur, gegebenenfalls unter Zugabe von Dispergiermitteln. Ein Zusatz von Dispergiermitteln verzögert die Umwandlung. Die Zugabe eines mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmittels beschleunigt die Umwandlung, erhöht aber auch die Löslichkeit im Umwandlungsmedium. Daraus resultiert eine deutliche Kornvergrößerung. Häufig bilden sich die für den anschließenden Mahlprozeß unerwünschten Nadeln. Nach der Filtration des Farbstoffes erhält man ein Filtrat, das sowohl organisches Lösungsmittel als auch gelösten Farbstoff enthält. Das erfordert eine aufwendige Abwasserreinigung.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die β -Modifikation des Farbstoffes C.I. Disperse Red 73 der Formel



so herzustellen, daß die oben genannten Nachteile nicht auftreten.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die bei der Synthese in bekannter Weise anfallende α -Modifikation des Farbstoffes I überwiegend in fester Phase in die β -Modifikation umzuwandeln und die Umwandlung über die gelöste Phase zu unterdrücken. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die bei der Synthese anfallende färbeinstabile α -Modifikation in wäßrigen Lösungen anorganischer Salze suspendiert und diese Suspension erhitzt wird, gegebenenfalls unter Druck über 373 K. Verglichen mit der Umwandlungszeit in Wasser verkürzt sich die notwendige Zeit auf die Hälfte bis ein Viertel. Die Umwandlung erfolgt umso schneller, je höher die Salzkonzentration ist. Das Salz setzt die Löslichkeit des Farbstoffes in Wasser herab. Das Suspensionsmedium wird daher nur spurenweise angefärbt.

Die Umwandlung erfolgt nicht wie bisher über die gelöste Phase. Daher tritt keine Kornvergrößerung ein, die eine längere nachfolgende Mahlzeit zur Folge hätte. Die entstandene Modifikation ist nach dem Röntgenbeugungsdiagramm identisch mit der in DE-OS 2 249 739 angegebenen β -Modifikation. Bei den anorganischen Salzen kann es sich beispielsweise um NaCl , Na_2SO_4 , MgCl_2 oder MgSO_4 handeln. Diese Salze werden in 1 bis 30 Ma.-%igen Lösungen erfindungsgemäß eingesetzt. Bei der Umwandlung wird 30 bis 120 Minuten auf Temperaturen von 353 bis 373 K, bei Anwendung von Druck über 373 K, erhitzt.

Der Farbstoff wird nach der Umwandlung durch Filtration isoliert. Das Filtrat besteht praktisch aus der eingesetzten Salzlösung und kann ohne Zwischenreinigung im Kreislauf gefahren werden. Nach dem üblichen Finish des Farbstoffes durch Naßfeinstmahlung in Gegenwart von Dispergatoren erhält man eine Dispersion, deren Teilchengrößenverteilung sich beim Erhitzen auf 373 K nur in dem für die Textilfärbung zulässigen Bereich verändert und keine drastische Teilchenvergrößerung durch Ostwald-Reifung zeigt wie die α -Modifikation.

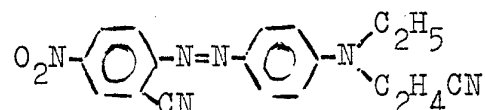
Ausführungsbeispiele

Beispiel 1:

10 Teile des Farbstoffes der Formel I in der α -Modifikation werden mit 100 Teilen einer 10 gewichtsprozentigen Kochsalzlösung unter Rühren eine Stunde 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 4 Teilen eines sulfonierten Kondensationsproduktes aus Naphthol-2, Phenol und Formaldehyd und 20 Teilen eines Kondensationsproduktes aus Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd einer Naßfeinstmahlung unterworfen und anschließend im Zerstäubungstrockner getrocknet.

Erfindungsansprüche

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



- aus der α -Modifikation, gekennzeichnet dadurch, daß die α -Modifikation in wäßrigen Lösungen anorganischer Salze suspendiert und diese Suspension erhitzt wird.
2. Verfahren zur Herstellung der β -Modifikation nach Punkt 1., gekennzeichnet dadurch, daß als anorganische Salze NaCl, Na₂SO₄, MgCl₂ oder MgSO₄ in 1 bis 30 Masse-%iger wäßriger Lösung verwendet werden, vorzugsweise in 10 Masse-%iger Lösung.
3. Verfahren zur Herstellung der β -Modifikation nach Punkt 1. bis 2., gekennzeichnet dadurch, daß auf Temperaturen von 353 bis 373 K, bei Anwendung von Druck über 373 K, erhitzt wird.
4. Verfahren zur Herstellung der β -Modifikation nach Punkt 1. bis 3., gekennzeichnet dadurch, daß die Thermobehandlung über einen Zeitraum von 30 bis 120 Minuten erfolgt.