

Dispersionsazofarbstoffe auf Aminobenzimidazolone-Basis

Von

Hellmuth Schindlbauer und Włodzimierz Kwiecinski

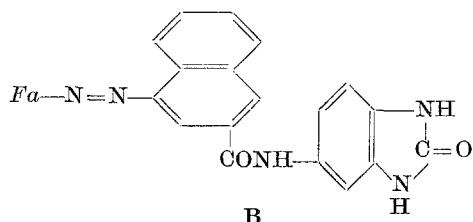
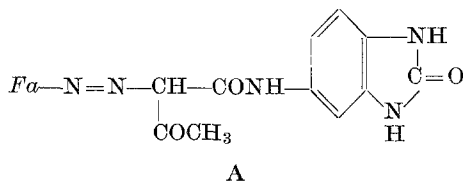
Institut für chemische Technologie organischer Stoffe,
Technische Universität Wien, Österreich

(Eingegangen am 19. Mai 1976)

Dispersion Azo Dyes on the Basis of Aminobenzimidazolone

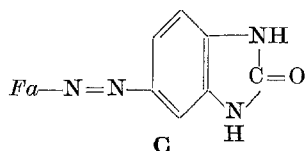
New dispersion azo dyes were prepared on the basis of 5-amino- and 5,6-diaminobenzimidazolone by diazotisation and coupling, esp. with α -naphthol and naphthol AS. The new compounds are suitable for dyeing of polyamide, polyester, polyacrylonitrile and acetate fibers in pink, orange, brown and red-violet colours.

Dispersionsfarbstoffe gehören mit geringen Ausnahmen zu den Anthraquinon- und Azofarbstoffen. Ihr wichtigstes Anwendungsgebiet ist das Färben von Acetatkunstseide und Wolle sowie von verschiedenen synthetischen Fasern aus Polyamiden, Polyacrylnitril und Polyester. Die Aminoderivate des Benzimidazolons, deren Herstellung durch



direkte Nitrierung und Reduktion in einer vorausgehenden Arbeit* beschrieben wurde¹, stellen günstige Ausgangsverbindungen für Dispersionsfarbstoffe dar. Solche Farbstoffe, deren Hauptanwendungsgebiet die Färbung von *PVC* ist, wurden bereits synthetisiert². Es sind dies entweder Verbindungen des Typs **A** oder **B**, wobei mit *Fa* die farbbestimmende Komponente bezeichnet ist.

In der vorliegenden Arbeit berichten wir nun über eine neue Gruppe von Benzimidazolifarbstoffen **C**, bei der der Benzimidazolokern direkt die farbbestimmende Komponente trägt.



Als Ausgangsverbindung wurde dazu das kürzlich von uns beschriebene* 5-Amino- und 5,6-Diaminobenzimidazol¹ eingesetzt, wobei die Amine sofort nach der Herstellung weiter umgesetzt werden, da sie sehr oxydationsempfindlich sind. Da beide Amine schwach basischen Charakter aufweisen, muß man zu ihrer Diazotierung Nitrosyl-

Tabelle 1. Aus den Aminobenzimidazolonen hergestellte Farbstoffe

Aminobenzimidazol	Kupplungskomponente	Ausb.	Farbstoff
5-Aminobenzimidazol	α -Naphthol	57%	orange bis braun
	β -Naphthol	53%	l. rosa
	α -Naphthylamin	47%	rotbraun
	β -Naphthylamin	63%	rotorange
	Naphthol AS	88%	violett
5,6-Diaminobenzimidazol	α -Naphthol	58%	braun
	β -Naphthol	60%	hellbraun
	α -Naphthylamin	47%	braun
	β -Naphthylamin	47%	braun
	Naphthol AS	88%	gelb

schwefelsäure anwenden (Methode nach *Claus*³, Diazotierung des Amins mit einer Lösung von NaNO_2 in wasserfr. H_2SO_4). Beim 5,6-Diaminobenzimidazol¹ läßt sich infolge Chelatbildung nur eine der

* Aus technischen Gründen wird diese Arbeit erst im nächsten Heft erscheinen.

beiden Aminogruppen diazotieren (wie bei anderen o-ständigen Diaminogruppen). Als Kupplungskomponenten wurden eingesetzt: α - und β -Naphthol, α - und β -Naphthylamin und Naphthol AS.

Färbung mit den erhaltenen Dispersionsfarbstoffen

Die Anwendung wasserunlöslicher Farbstoffe für textile Zwecke setzt eine sehr feine Verteilung voraus. Dazu wendet man in der Technik am häufigsten jene Vorgangsweise an, bei der der auf 10—20% Wassergehalt vorgetrocknete Farbstoff in einem Knetapparat mit einem Dispergiermittel versetzt wird und dann die Masse ausgewalzt und getrocknet wird. Im Laboratorium wird der Farbstoff aus seiner Lösung ausgefällt. Die vorliegenden Benzimidazoldispersionsfarbstoffe wurden in Methanol (in Methanol—Aceton im Falle der schwerlöslichen Farbstoffe, aber nicht für die Acetatfaser) gelöst und durch Verdünnen mit dispergiermittelhaltigem Wasser in fein verteilter Form ausgefällt. Die Durchführung der Färbeversuche ist ebenfalls im exper. Teil beschrieben. Während die Farbstoffe aus 5-Amino- und 5,6-Diaminobenzimidazol mit β -Naphthol, α - und β -Naphthylamin sowie aus 5,6-Diaminobenzimidazol und Naphthol AS auf den geprüften Fasern schlecht aufziehen und hellgelbe, hellbraune bis hellrosa-orange Färbungen ergeben, zeigen die folgenden Farbstoffe gute Färbungen:

a) Farbstoff aus 5-Aminobenzimidazol mit α -Naphthol als Kupplungskomponente ergab folgende Färbungen: Polyamid: rotbraun; Polyester: rotbraun; Acetatfaser: orange; Triacetatfaser: orange; Polyacrylnitril: dunkelbraun.

b) Farbstoff aus 5-Aminobenzimidazol mit Naphthol AS als Kupplungskomponente ergab folgende Färbungen: Polyamid: rotviolett; Polyester: rotviolett; Acetatfaser: rosa; Triacetatfaser: rosa; Polyacrylnitril: rosa.

c) Farbstoff aus 5,6-Diaminobenzimidazol mit α -Naphthol als Kupplungskomponente ergab folgende Färbungen: Polyamid: dunkelbraun; Polyester: braun; Acetatfaser: braunorange; Triacetatfaser: gelborange; Polyacrylnitril: rotbraun.

Experimenteller Teil

Diazotierung und Kupplung

Das durch die Reduktion des 5-Nitro- bzw. 5,6-Dinitrobenzimidazolons gebildete 5-Amino- bzw. 5,6-Diaminobenzimidazol (das Rohgemisch enthielt jeweils 8,0 g Amin) wurde in 200 ml Eisessig bei gelindem Kochen teilweise gelöst, rasch auf Raumtemp. abgekühlt und langsam unter Rüh-

ren zu dem mit Eis/Kochsalz gekühltem Gemisch von 4,0 g NaNO_2 in 4,0 ml H_2SO_4 ($\rho = 1,84$) zugegeben. Nach 20 Min. wurde die Suspension mit einer Lösung der jeweiligen Kupplungskomponente langsam versetzt. Zur Lösung der Kupplungskomponenten diente dabei 2*N*-NaOH bei α - und β -Naphthol und Naphthol AS, Methanol bei α - und β -Naphthylamin. Nach 20 Min. Rühren wurde das Gemisch mit NaHCO_3 -Lösung neutralisiert. Der ausgefallene Farbstoff wurde über Nacht absetzen gelassen, abgesaugt, einige Male mit Wasser gewaschen und im Vak. getrocknet.

Färbeversuche

a) Färbung einer Polyamidfaser (Nyltest)

2% Farbstoff (bezogen auf das eingesetzte Gewebe) wurden in möglichst wenig Methanol oder (bei schlechter Löslichkeit) in einer Mischung Methanol/Aceton warm gelöst, durch Zugabe von destill. Wasser auf die gewünschte Flottenkonzentration (1 : 50) gebracht, mit 2 g/l Sandopan TFL Extra als Dispergier- und Egalisiermittel versetzt und das Fasermaterial eingebracht. Die Temperatur des Färbebades wurde langsam auf 90—93° gesteigert und 45 Min. bei dieser Temperatur gefärbt, anschließend mit Wasser gespült und getrocknet.

b) Färbung einer Polyesterfaser (Dacron 54)

Dem bei 60° mit 2 g/l Ammonsulfat und Ameisensäure auf pH 5,5 eingestelltem Färbebad wurde 1 g/l Sandopan TFL Extra, 1 g/l Ekalin F als Dispergier- und Egalisiermittel und 4 cm³/l Dilatin DB als Quellmittel zugegeben und das Färbegut während 10 Min. in diesem Bad behandelt. Anschließend wird der gelöste Farbstoff (2%, bez. auf Materialmenge) unter Rühren zugegeben, nach 5 Min. die Temp. innerhalb 0,5 Stdn. bis zum Kochen gesteigert und weitere 1,5 Stdn. bei dieser Temp. gefärbt.

c) Färbung einer Acetatfaser (Crépe)

2% Farbstoff wurde in Methanol gelöst, mit Wasser auf die gewünschte Flotte (1 : 50) verdünnt, mit 2 g/l Sandopan TFL Extra versetzt und das Färbematerial eingetragen. Nach 15 Min. wurde auf 75—80° erwärmt und 45 Min. bei dieser Temp. gefärbt.

d) Färbung einer Triacetatfaser (Arnel)

Wie die Färbung der Acetatfaser, aber 1,5 Stdn. zum Sieden erhitzt.

e) Färbung einer Polyacrylnitrilfaser (Orlon 75)

2% Farbstoff wurden in Methanol gelöst, mit Wasser 1 : 50 verdünnt, 2 g/l Sandopan TFL Extra und 1 ml/l Eisessig zugegeben, das Material eingetragen, nach 15 Min. zum Sieden erhitzt und bei dieser Temp. 1,5 Stdn. gefärbt.

Literatur

- ¹ *H. Schindlbauer* und *W. Kwiecinski*, *Mh. Chem.* **107**, im Druck.
- ² *Z. B. R. Mory* und *R. Müller*, *Deutsche Off.* 2 208 802 (1972); *E. Dietz* u. a., *Deutsche Off.* 2 137 241 (1973); *Chem. Abstr.* **78**, 17 602 f und 137 938 t (1973).
- ³ *Weygand-Hilgetag*, *Organische Experimentierkunst*, 3. Aufl., S. 641, Barth-Verlag, 1964.

Korrespondenz und Sonderdrucke:

Prof. Dr. H. Schindlbauer
Institut für chemische Technologie
organischer Stoffe
Technische Universität Wien
Getreidemarkt 9
A-1060 Wien
Österreich

Eigentümer: Österreichische Akademie der Wissenschaften, Dr. Ignaz Seipel-Platz 2, A-1010 Wien.—
Herausgeber: Österreichische Akademie der Wissenschaften, Dr. Ignaz Seipel-Platz 2, A-1010 Wien,
und Verein Österreichischer Chemiker, Eschenbachgasse 9, A-1010 Wien. — Verlag: Springer-Verlag,
Mölkereibastei 5, A-1011 Wien. — Für den Textteil verantwortlich: Prof. Dr. Friedrich Kuffner,
Währinger Straße 38, A-1090 Wien. — Für den Anzeigenteil verantwortlich: Bruno Schweder,
Mölkereibastei 5, A-1011 Wien. — Druck: Adolf Holzhausens Nachfolger, Kandlgasse 19-21,
A-1070 Wien.