



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Int. Cl.³: C 09 B 62/095

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978



PATENTSCHRIFT A5

635 860

②① Gesuchsnummer: 6580/78

⑦③ Inhaber:
CIBA-GEIGY AG, Basel

②② Anmeldungsdatum: 16.06.1978

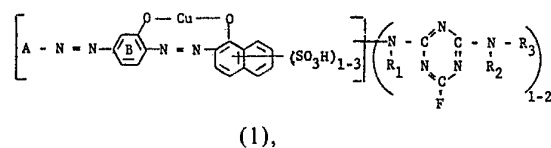
②④ Patent erteilt: 29.04.1983

④⑤ Patentschrift
veröffentlicht: 29.04.1983

⑦② Erfinder:
Dr. Gert Hegar, Schönenbuch

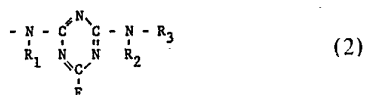
⑤④ Reaktivfarbstoffe und deren Herstellung.

⑤⑦ Reaktivfarbstoffe der Formel



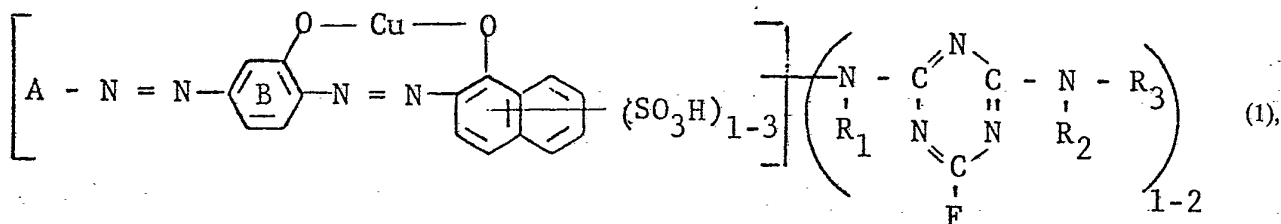
an A und/oder an den Naphthalinkern, welcher eines der beiden komplexbildenden Sauerstoffatome trägt, gebunden ist, zeichnen sich durch hohe Reaktivität aus. Sie eignen sich besonders zum Färben von cellulosehaltigen Materialien faseriger Struktur und ergeben Färbungen mit guten Licht- und Nassechtheiten.

worin A ein Benzol- oder Naphthalinrest ist, der weitere Substituenten enthalten kann, der Benzolrest B weitere Substituenten enthalten kann, R₁ und R₂ unabhängig voneinander je ein Wasserstoffatom oder ein gegebenenfalls substituierter Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und R₃ ein Wasserstoffatom, ein gegebenenfalls substituierter Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, ein gegebenenfalls substituierter Aralkyl- oder Arylrest ist und der Rest bzw. die Reste der Formel

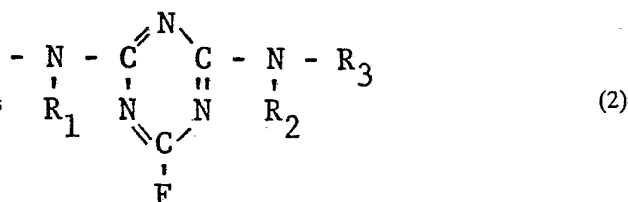


PATENTANSPRÜCHE

1. Reaktivfarbstoffe der Formel

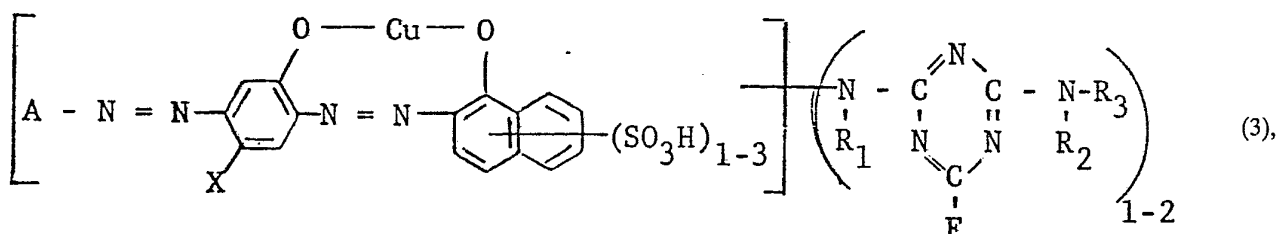


worin A ein Benzol- oder Naphthalinrest ist, der weitere Substituenten enthalten kann, der Benzolrest B weitere Substituenten enthalten kann, R₁ und R₂ unabhängig voneinander je ein Wasserstoffatom oder ein gegebenenfalls substituierter Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und R₃ ein Wasserstoffatom, ein gegebenenfalls substituierter Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, ein gegebenenfalls substituierter Aralkyl- oder Arylrest ist und der Rest bzw. die Reste der Formel



an A und/oder an den Naphthalinkern, welcher eines der beiden komplexbildenden Sauerstoffatome trägt, gebunden ist.

2. Reaktivfarbstoffe gemäss Anspruch 1, der Formel

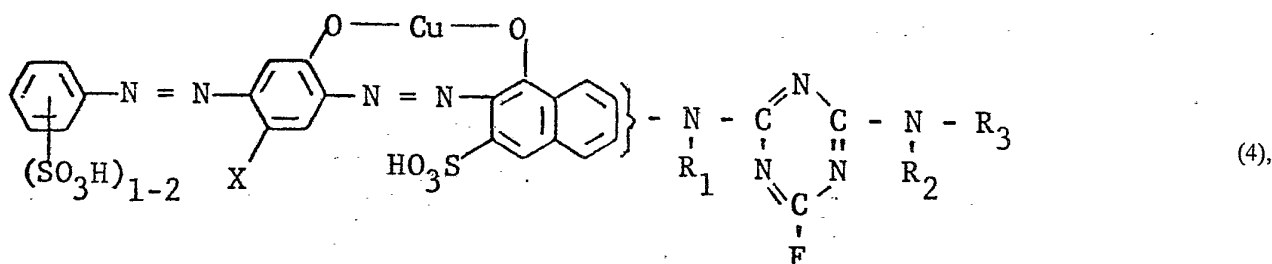


worin X Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Alkoxy mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder Halogen ist und A, R₁, R₂ und R₃ die in Anspruch 1 angegebenen Bedeutungen haben.

3. Reaktivfarbstoffe gemäss Anspruch 2, worin A ein Benzolrest, der durch Sulfo, Methyl, Methoxy, Carboxy und Chlor substituiert sein kann, oder ein Naphthalinrest, der durch Sulfo substituiert sein kann, R₁ Wasserstoff, Methyl oder β-Hydro-

xyäthyl, R₂ Wasserstoff, Methyl oder Äthyl, R₃ Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Butyl, Methoxypropyl, β-Hydroxyäthyl, β-Sulfoäthyl, Phenyl, das durch Sulfo, Methyl, Methoxy, Äthoxy, Acetylamino, Ureido, Carboxy, Chlor, Brom, Sulfomethyl, Trifluormethyl, Sulfamoyl und Carbamoyl substituiert sein kann, oder Naphthyl, das durch Sulfo substituiert sein kann, und X Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Methoxy, Äthoxy oder Chlor ist.

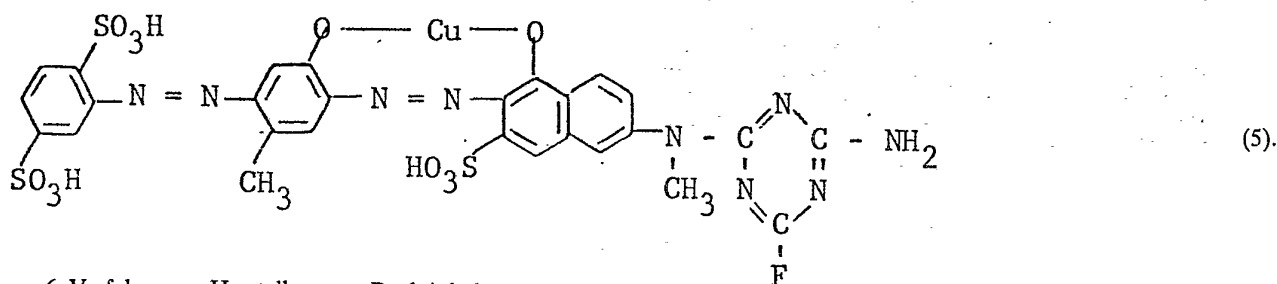
4. Reaktivfarbstoffe gemäss Anspruch 2, der Formel



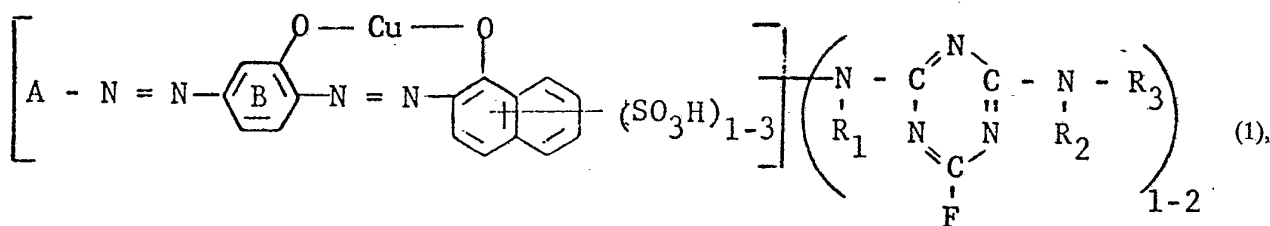
worin R₁ Wasserstoff oder Methyl, R₂ Wasserstoff, Methyl oder Äthyl, R₃ Wasserstoff, Phenyl, das durch Sulfo, Methyl, Äthyl, Methoxy, Äthoxy, Acetylamino, Carboxy, Chlor, Sulfamoyl und Carbamoyl substituiert sein kann, oder Naphthyl, das durch Sul-

fo substituiert sein kann, und X Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Methoxy, Äthoxy oder Chlor ist.

5. Der Reaktivfarbstoff gemäss Anspruch 4, der Formel

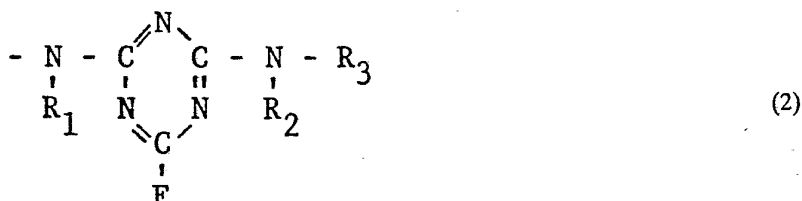


6. Verfahren zur Herstellung von Reaktivfarbstoffen der Formel

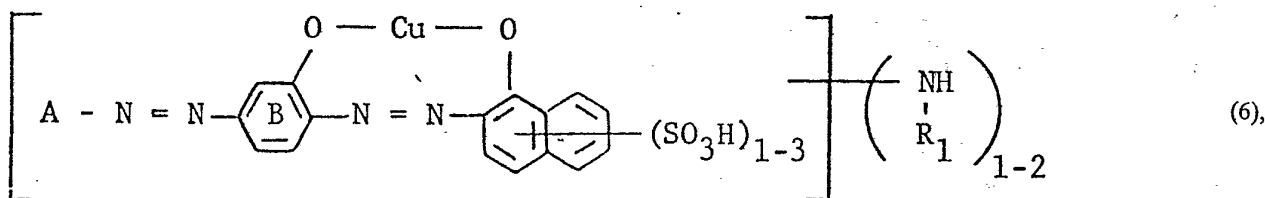


worin A ein Benzol- oder Naphthalinrest ist, der weitere Substituenten enthalten kann, der Benzolrest B weitere Substituenten enthalten kann, R_1 und R_2 unabhängig voneinander je ein Wasserstoffatom oder ein gegebenenfalls substituierter Alkylrest

mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und R_3 ein Wasserstoffatom, ein gegebenenfalls substituierter Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, ein gegebenenfalls substituierter Aryl- oder Arylrest ist und der Rest bzw. die Reste der Formel



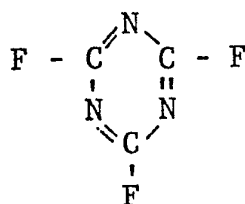
an A und/oder an den Naphthalinrest, welcher eines der beiden komplexbildenden Sauerstoffatome trägt, gebunden ist, dadurch gekennzeichnet, dass man einen Farbstoff der Formel



worin die Aminogruppe(n) der Formel

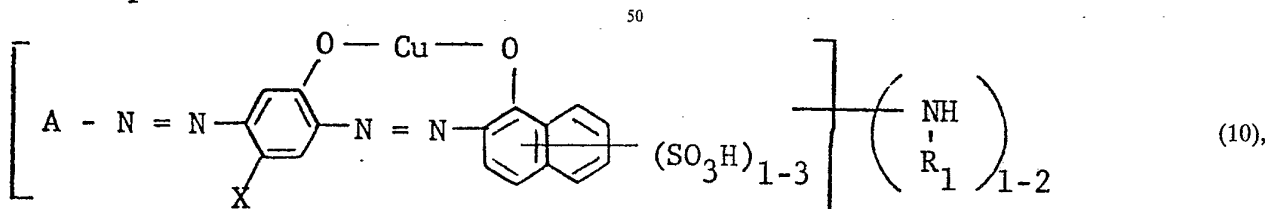


an A und/oder an den Naphthalinkern, welcher eines der beiden komplexbildenden Sauerstoffatome trägt, gebunden ist (sind) 1 oder 2 Mol 2,4,6-Trifluor-s-triazin der Formel



(8) ⁴⁵ in beliebiger Folge miteinander kondensiert.

7. Verfahren gemäss Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass man Farbstoffe der Formel

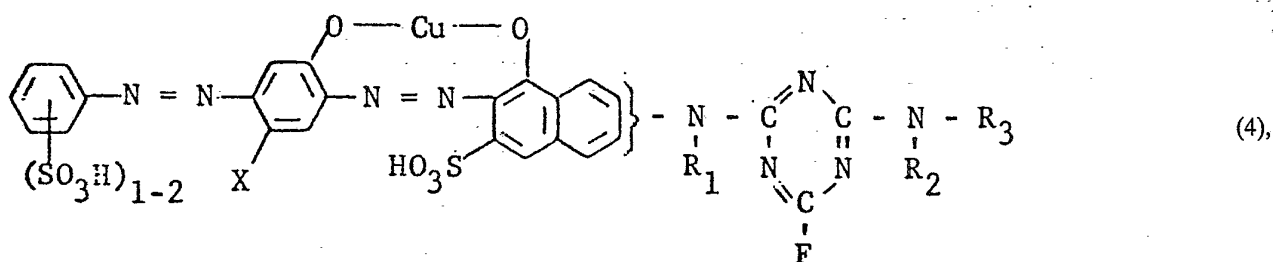


worin X Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Alkoxy mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder Halogen ist und A und R_1 die in Anspruch 6 angegebenen Bedeutungen haben, als Ausgangsstoffe verwendet.

8. Verfahren gemäss Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass man Farbstoffe der Formel (10), worin A ein Benzolrest, der durch Sulfo, Methyl, Methoxy, Carboxy und Chlor substituiert sein kann, oder ein Naphthalinrest, der durch Sulfo substituiert sein kann, R_1 Wasserstoff, Methyl oder β -Hydroxyäthyl und X Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Methoxy, Äthoxy oder Chlor

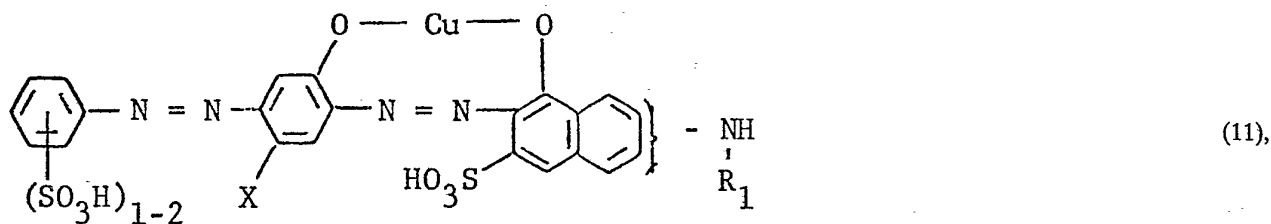
ist, und Aminoverbindungen der Formel (9), worin R_2 Wasserstoff, Methyl oder Äthyl und R_3 Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Butyl, Methoxypropyl, β -Hydroxyäthyl, β -Sulfoäthyl, Phenyl, das durch Sulfo, Methyl, Methoxy, Äthoxy, Acetylamin, Ureido, Carboxy, Chlor, Brom, Sulfomethyl, Trifluormethyl, Sulfamoyl und Carbamoyl substituiert sein kann, oder Naphthyl, das durch Sulfo substituiert sein kann, ist, als Ausgangsstoffe verwendet.

9. Verfahren gemäss Anspruch 7, zur Herstellung von Reaktivfarbstoffen der Formel



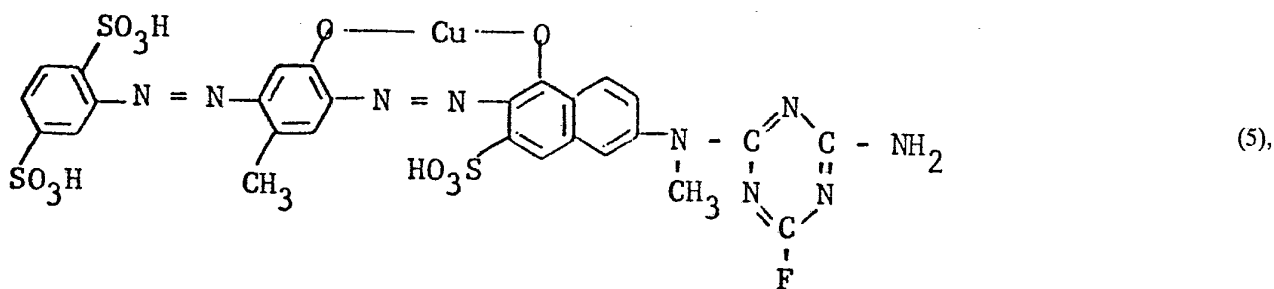
worin R₁ Wasserstoff oder Methyl, R₂ Wasserstoff, Methyl oder Äthyl, R₃ Wasserstoff, Phenyl, das durch Sulfo, Methyl, Äthyl, Methoxy, Äthoxy, Acetylamino, Carboxy, Chlor, Sulfamoyl und Carbamoyl substituiert sein kann, oder Naphthyl, das durch Sul-

fo substituiert sein kann, und X Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Methoxy, Äthoxy oder Chlor ist, dadurch gekennzeichnet, dass man einen Farbstoff der Formel

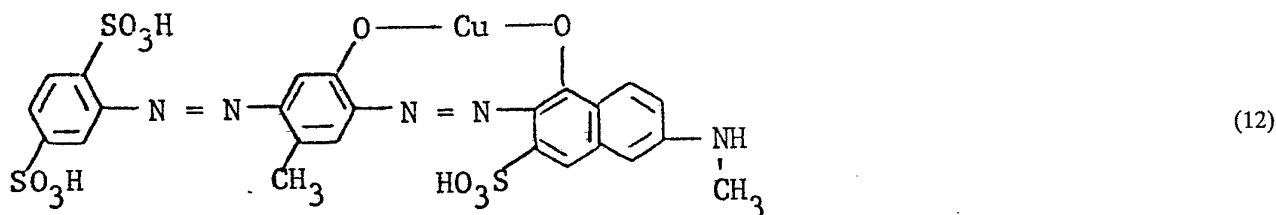


2,4,6-Trifluor-s-triazin der Formel (8) und eine Aminoverbindung der Formel (9), worin R₂ und R₃ die oben angegebenen Bedeutungen haben, in beliebiger Folge miteinander kondensiert.

10. Verfahren gemäss Anspruch 9, zur Herstellung des Reaktivfarbstoffes der Formel

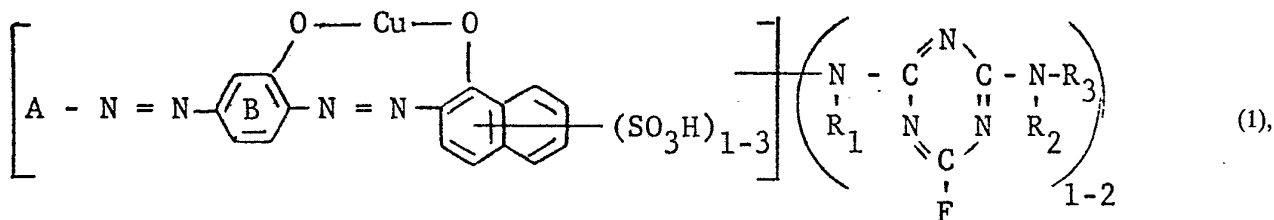


dadurch gekennzeichnet, dass man den Farbstoff der Formel



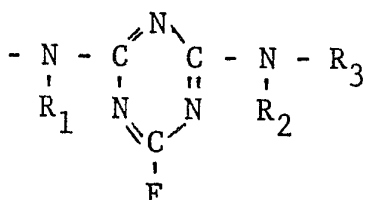
mit 2,4,6-Trifluor-s-triazin kondensiert und das erhaltene primäre Kondensationsprodukt mit Ammoniak kondensiert.

Gegenstand der Erfindung sind Reaktivfarbstoffe der Formel



worin A ein Benzol- oder Naphthalinrest ist, der weitere Substituenten enthalten kann, der Benzolrest B weitere Substituenten enthalten kann, R₁ und R₂ unabhängig voneinander je ein Wasserstoffatom oder ein gegebenenfalls substituierter Alkylrest

mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und R₃ ein Wasserstoffatom, ein gegebenenfalls substituierter Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, ein gegebenenfalls substituierter Aralkyl- oder Arylrest ist und der Rest bzw. die Reste der Formel



an A und/oder an den Naphthalinkern, welcher eines der beiden komplexbildenden Sauerstoffatome trägt, gebunden ist.

Die Reste A und B können die bei Azofarbstoffen üblichen Substituenten enthalten. Als weitere Substituenten kommen z.B. die folgenden in Betracht: Alkylgruppen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, wie Methyl, Äthyl, Propyl, Isopropyl und Butyl, Alkoxygruppen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, wie Methoxy, Äthoxy, Propoxy, Isopropoxy und Butoxy, Acylaminogruppen mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, wie Acetylaminogruppen, Propionylaminogruppen und Benzoylaminogruppen, Aminogruppen, wie $-\text{NH}_2$, Methylamino und Äthylamino, die Ureido-, Hydroxy- und Carboxygruppe, Halogen, wie Fluor, Chlor und Brom, und die Sulfonsäuregruppe.

Der Rest A enthält als weitere Substituenten insbesondere eine oder mehrere Sulfonsäuregruppe(n). Der Rest B enthält einen weiteren Substituenten insbesondere in para-Stellung zum komplexbildenden Sauerstoffatom. Falls R_1 und R_2 Alkylreste sind, können diese substituiert sein, z.B. durch Chlor, Hydroxy, Cyan, Carboxy und Sulfo. Als Beispiele für R_1 und R_2 seien genannt: Methyl, Äthyl, Propyl, Isopropyl, Butyl, Isobutyl, sek.-Butyl, tert.-Butyl, β -Hydroxyäthyl, β -Chloräthyl, β -Cyanäthyl, β -Cyanmethyl, γ -Cyanpropyl, β -Carboxyäthyl, Sulfomethyl und β -Sulfoäthyl. Für R_3 kommen z.B. in Betracht: Wasserstoff, die gleichen substituierten und unsubstituierten Alkylreste, die oben für R_1 und R_2 genannt sind, Alkoxyalkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen im Alkoxyrest und 1 bis 4

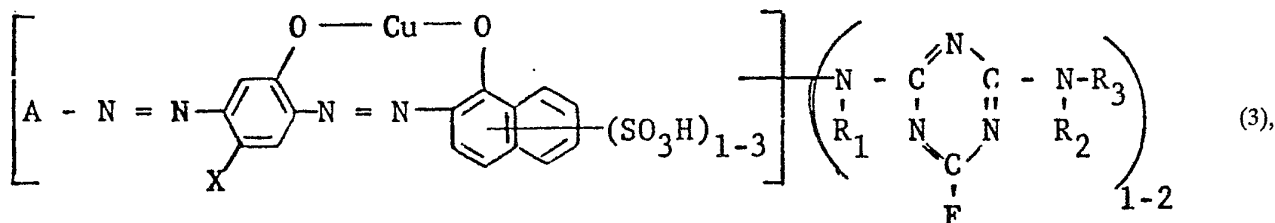
(2)

Kohlenstoffatomen im Alkylrest, wie Methoxyäthyl, Methoxypropyl, Äthoxyäthyl, Äthoxypropyl und Methoxybutyl, Cyclohexyl, Benzyl, 4-Sulfobenzyl, 4-Methylbenzyl, Phenäthyl und insbesondere Phenyl, das durch C_{1-4} -Alkyl, C_{1-4} -Alkoxy, Acetylaminogruppen, Ureido, Carboxy, Halogen, Sulfo, Sulfomethyl, Trifluormethyl, Sulfamoyl und Carbamoyl substituiert sein kann, oder Naphthyl, das durch Sulfo substituiert sein kann; ferner können R_2 und R_3 zu einem sechsgliedrigen N-heterocyclischen Ring geschlossen sein, der ein weiteres Heteroatom, wie Stickstoff, Sauerstoff und Schwefel, enthalten kann. Als Beispiele für den Aminorest $-\text{NR}_2\text{R}_3$ in Formel (1) seien genannt: $-\text{NH}_2$, Methylamino, Äthylamino, Propylamino, Isopropylamino, Butylamino, β -Methoxyäthylamino, γ -Methoxypropylamino, N,N-Dimethylamino, N,N-Diäthylamino, N-Methyl-N-phenylamino, N-Äthyl-N-phenylamino, β -Chloräthylamino, β -Hydroxyäthylamino, γ -Hydroxypropylamino, Benzylamino, Cyclohexylamino, Morpholino, Piperidino, Piperazino, und vor allem aromatische Aminogruppen, wie Phenylamino, Toluidino, Xylidino, Chloranilino, Anisidino, Phenetidino, 2-, 3- und 4-Sulfoanilino, 2,5-Disulfoanilino, Sulfomethylanilino, N-Sulfomethylanilino, 3- und 4-Carboxyphenylamino, 2-Carboxy-5-sulfophenylamino, 2-Carboxy-4-sulfophenylamino, 4-Sulfonaphthyl-(1)-amino, 3,6-Disulfonaphthyl-(1)-amino, 3,6,8-Trisulfonaphthyl-(1)-amino und 4,6,8-Trisulfonaphthyl-(1)-amino.

Die Reaktivfarbstoffe der Formel (1) können einen Rest oder zwei Reste der Formel (2) aufweisen. Falls ein Reaktivfarbstoff der Formel (1) nur einen Rest der Formel (2) aufweist, ist dieser entweder an A oder an den Naphthalinkern, welcher eines der beiden komplexbildenden Sauerstoffatome trägt, gebunden; falls er aber zwei Reste der Formel (2) aufweist, ist der eine an A und der andere an den oben genannten Naphthalinkern gebunden.

Bevorzugt sind Reaktivfarbstoffe der Formel

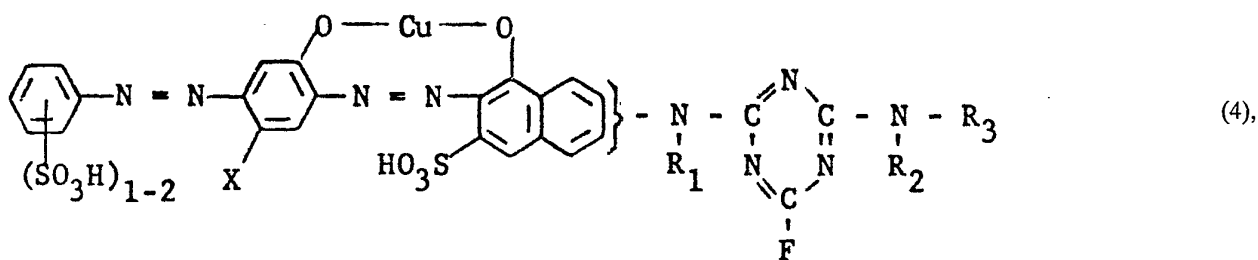
35



worin X Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Alkoxy mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder Halogen ist und A, R_1 , R_2 und R_3 die unter Formel (1) angegebenen Bedeutungen haben, insbesondere Reaktivfarbstoffe der Formel (3), worin A ein Benzolrest, der durch Sulfo, Methyl, Methoxy, Carboxy und Chlor substituiert sein kann, oder ein Naphthalinrest, der durch Sulfo substituiert sein kann, R_1 Wasserstoff, Methyl, oder β -Hydroxyäthyl, R_2 Wasserstoff, Methyl oder Äthyl, R_3 Was-

serstoff, Methyl, Äthyl, Butyl, Methoxypropyl, β -Hydroxyäthyl, β -Sulfoäthyl, Phenyl, das durch Sulfo, Methyl, Methoxy, Äthoxy, Acetylaminogruppen, Ureido, Carboxy, Chlor, Brom, Sulfomethyl, Trifluormethyl, Sulfamoyl und Carbamoyl substituiert sein kann, oder Naphthyl, das durch Sulfo substituiert sein kann, und X Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Methoxy, Äthoxy oder Chlor ist.

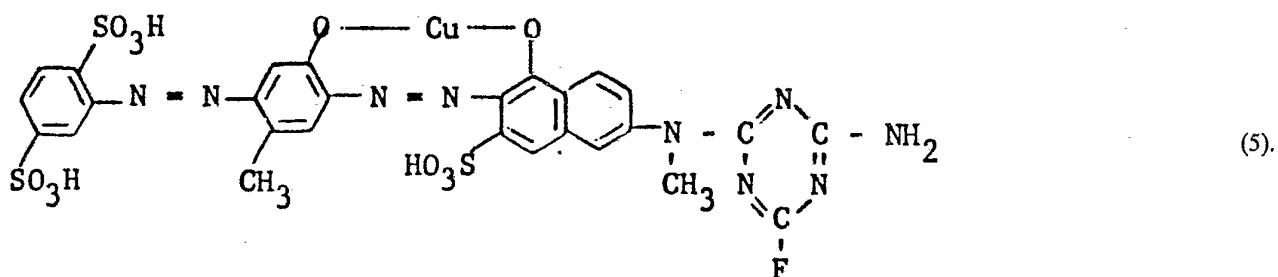
Bevorzugt sind vor allem Reaktivfarbstoffe der Formel



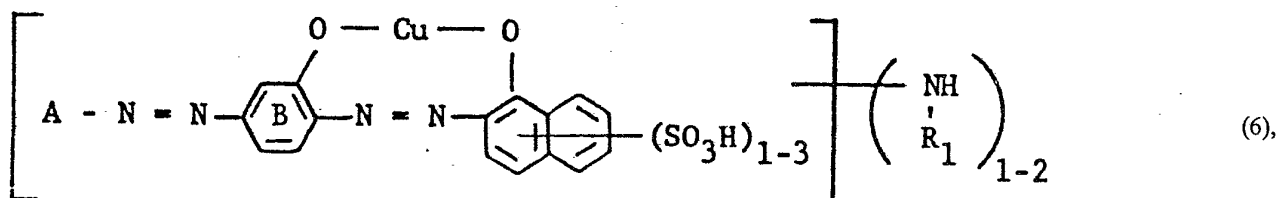
worin R_1 Wasserstoff oder Methyl, R_2 Wasserstoff, Methyl oder Äthyl, R_3 Wasserstoff, Phenyl, das durch Sulfo, Methyl, Äthyl, Methoxy, Äthoxy, Acetylaminogruppen, Carboxy, Chlor, Sulfamoyl und Carbamoyl substituiert sein kann, oder Naphthyl, das durch Sul-

fo substituiert sein kann, und X Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Methoxy, Äthoxy oder Chlor ist.

Ein wertvoller Reaktivfarbstoff der durch Formel (4) definierten Klasse ist der Reaktivfarbstoff der Formel



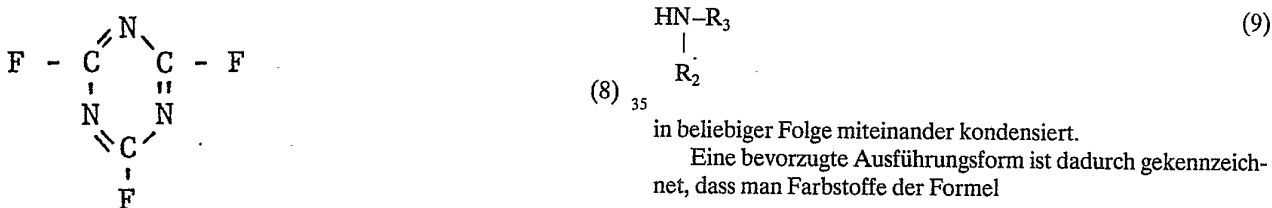
Die erfindungsgemäße Herstellung der Reaktivfarbstoffe der Formel (1) ist dadurch gekennzeichnet, dass man einen Farbstoff der Formel



worin die Aminogruppe(n) der Formel

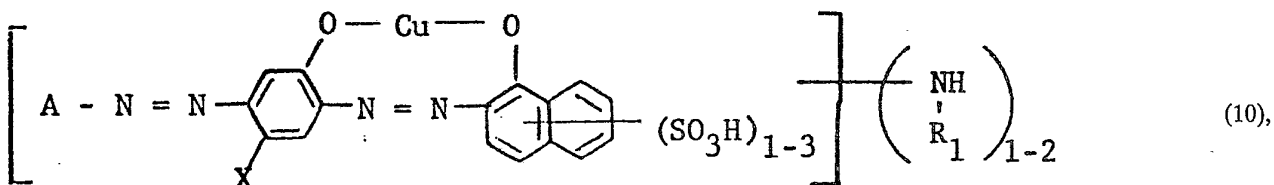


an A und/oder an den Naphthalinkern, welcher eines der beiden komplexbildenden Sauerstoffatome trägt, gebunden ist (sind), 1 30 und 1 oder 2 Mol einer Aminoverbindung der Formel oder 2 Mol 2,4,6-Trifluor-s-triazin der Formel



in beliebiger Folge miteinander kondensiert.

Eine bevorzugte Ausführungsform ist dadurch gekennzeichnet, dass man Farbstoffe der Formel

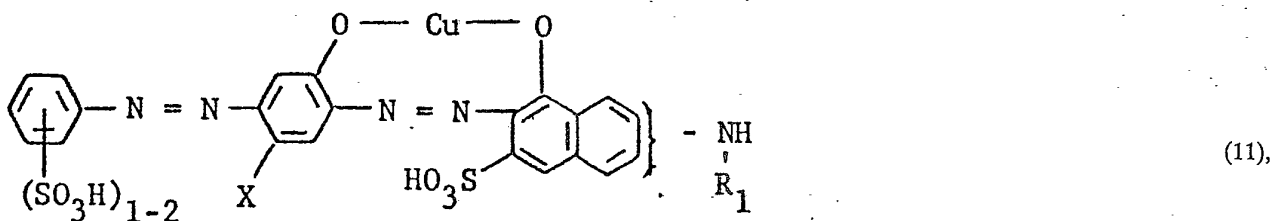


worin X Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Alkoxy mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder Halogen ist und A und R₁ die unter Formel (1) angegebenen Bedeutungen haben, als Ausgangsstoffe verwendet.

Insbesondere verwendet man als Ausgangsstoffe Farbstoffe der Formel (10), worin A ein Benzolrest, der durch Sulfo, Methyl, Methoxy, Carboxy und Chlor substituiert sein kann, oder ein Naphthalinrest, der durch Sulfo substituiert sein kann, R₁ Wasserstoff, Methyl oder β-Hydroxyäthyl und X Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Methoxy, Äthoxy oder Chlor ist, und Aminover-

bindungen der Formel (9), worin R₂ Wasserstoff, Methyl oder Äthyl und R₃ Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Butyl, Methoxypropyl, β-Hydroxyäthyl, β-Sulfoäthyl, Phenyl, das durch Sulfo, Methyl, Methoxy, Äthoxy, Acetylamin, Ureido, Carboxy, Chlor, Brom, Sulfomethyl, Trifluormethyl, Sulfamoyl, und Carbamoyl substituiert sein kann, oder Naphthyl, das durch Sulfo substituiert sein kann, ist.

Die bevorzugten Reaktivfarbstoffe der Formel (4) werden erhalten, indem man einen Farbstoff der Formel

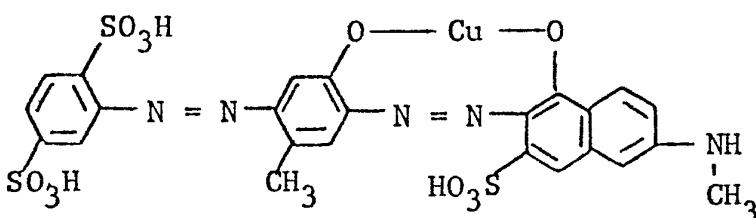


2,4,6-Trifluor-s-triazin der Formel (8) und eine Aminoverbindung der Formel (9) in beliebiger Folge miteinander kondensiert,

wobei R₁, R₂, R₃ und X in den Formeln (11) und (9) die unter Formel (4) angegebenen Bedeutungen haben.

Da die einzelnen oben angegebenen Verfahrensschritte, nämlich mehrfache Kondensation in unterschiedlicher Reihenfolge, gegebenenfalls teilweise auch gleichzeitig, ausgeführt werden können, sind verschiedene Verfahrensvarianten möglich. Die für jede Teilreaktion zu verwendenden Ausgangsstoffe ergeben sich aus Formel (1). Im allgemeinen führt man die Umsetzung schrittweise nacheinander aus, wobei die Reihenfolge der einfachen Reaktionen zwischen den einzelnen Reaktionskomponenten der Formeln (6), (8) und (9) frei gewählt werden kann.

Die beiden wichtigsten Verfahrensvarianten sind dadurch gekennzeichnet, dass man



(12)

mit 2,4,6-Trifluor-s-triazin kondensiert und das erhaltene primäre Kondensationsprodukt mit Ammoniak kondensiert.

Die als Ausgangsstoffe zu verwendenden Farbstoffe der Formel (6) werden erhalten, indem man ein diazotiertes Aminobenzol oder Aminonaphthalin, das wie oben angegeben weitersubstituiert sein kann, auf ein ortho-Alkoxy- oder -Hydroxyaminobenzol, das ebenfalls wie oben angegeben weitersubstituiert sein kann, wie o-Anisidin, Kresidin, 2,5-Dimethoxyanilin oder 2-Acetylaminophenol, kuppelt, die erhaltene Monoazoverbindung, gegebenenfalls nach Verseifen der zu diazotierenden Aminogruppe, diazotiert und mit einer Naphtholsulfonsäure bzw. Aminonaphtholsulfonsäure kuppelt und den entstandenen Diazofarbstoff durch Umsetzung mit kupferabgebenden Mitteln kupfert, insbesondere entalkylierend kupfert.

Die Diazotierung der Diazokomponenten erfolgt in der Regel durch Einwirkung salpetriger Säure in wässrig-mineralsaurer Lösung bei tiefer Temperatur, die Kupplung auf die Kupplungskomponenten bei schwach sauren, neutralen bis schwach alkalischen pH-Werten.

Als kupferabgebendes Mittel kann man Salze verwenden, welche das Kupfer als Kation enthalten, z.B. Kupfersulfat, Kupferchlorid oder Kupferacetat. In manchen Fällen ist die Verwendung komplexer Kupferverbindungen von Vorteil, z.B. in Form von Kupfer-Amin-Komplexen, wie Kupfertetraminsulfate aus Kupfersulfat und Ammoniak, Pyridin oder Monoäthanolamin, oder in Form von Verbindungen, welche das Kupfer komplex gebunden enthalten, z.B. komplexer Kupferverbindungen der Alkalisalze aliphatischer Aminocarbonsäuren oder Hydroxycarbonsäuren, wie des Glykokolls, der Milchsäure und vor allem der Weinsäure, wie Natriumkupfertartrat.

Die Behandlung mit dem kupferabgebenden Mittel erfolgt in wässrigem oder organisch-wässrigem Medium, z.B. bei Raumtemperatur, falls leicht metallisierbare Ausgangsverbindungen vorliegen oder, wenn gleichzeitig mit der Metallisierung eine Entalkylierung stattfinden muss, durch Erwärmen auf Temperaturen zwischen 50 und 120 °C im offenen Gefäß, z.B. unter Rückflusskühlung oder gegebenenfalls im geschlossenen Gefäß unter Druck, wobei die pH-Verhältnisse durch die Art des gewählten Metallisierungsverfahrens gegeben sind; z.B. eine saure Kupferung mit Kupfersulfat, eine alkalische Kupferung mit Kupfertetraminsulfat.

Gewünschtenfalls können bei der Metallisierung auch Lösungsmittel, wie z.B. Alkohol, Dimethylformamid, usw. zugesetzt werden.

Als Ausgangsverbindungen zur Herstellung der Farbstoffe der Formel (6) können beispielsweise genannt werden:

a) Aminobenzole und Aminonaphthaline (Rest A):

1. einen Farbstoff der Formel (6) mit 1 oder 2 Mol 2,4,6-Trifluor-s-triazin der Formel (8) kondensiert und das erhaltene mono- oder diprimäre Kondensationsprodukt mit 1 oder 2 Mol einer Aminoverbindung der Formel (9) kondensiert; 2. 2,4,6-Trifluor-s-triazin der Formel (8) mit einer Aminoverbindung der Formel (9) kondensiert und 1 oder 2 Mol des erhaltenen primären Kondensationsproduktes mit einem Farbstoff der Formel (6) kondensiert.

10 Die bevorzugte Herstellungsweise des Reaktivfarbstoffs der Formel (5) ist dadurch gekennzeichnet, dass man den Farbstoff der Formel

Anilin, o-, m- und p-Toluidine, o-, m- und p-Anisidine, o-, m- und p-Chloraniline, 2,5-Dichloranilin, α- und β-Naphthylamin, 2,5-Dimethylanilin, 5-Nitro-2-aminoanisole, 4-Aminodiphenyläther, 2-, 3- oder 4-Aminobenzolsulfonamid oder -sulfomonomethyl- oder -äthylamide oder -sulfondimethyl- oder -sulfondiäthylamide, Anilin-2-, -3- und -4-sulfonsäure, Anilin-2,5-disulfonsäure, 2,4-Dimethylanilin-6-sulfonsäure, 4-Chlor-5-methylanilin-2-sulfonsäure, Anilin-2,4-disulfonsäure, Anilin-3,5-disulfonsäure, 2-Amino-4- oder -5-sulfobenzoessäure, 2-Methylanilin-3,5-disulfonsäure, 2-Methylanilin-5-sulfonsäure, 2-Methoxyanilin-3,5-disulfonsäure, 2-Chloranilin-4-sulfonsäure, 2,3-Dimethylanilin-4,6-disulfonsäure, 2,5-Dimethylanilin-4,6-disulfonsäure, 5-Chlor-4-methylanilin-2-sulfonsäure, 3-Acetylaminonaphthalin-6-sulfonsäure, 4-Acetylaminonaphthalin-2-sulfonsäure, 4-Chloranilin-2-sulfonsäure, 3,4-Dichloranilin-6-sulfonsäure, 4-Methylanilin-2-sulfonsäure, 3-Methylanilin-6-sulfonsäure, 2,4-Dimethoxyanilin-6-sulfonsäure, 4-Methoxyanilin-2-sulfonsäure, 5-Methoxyanilin-2-sulfonsäure, 2,5-Dichloranilin-4-sulfonsäure, 2,4-Dimethylanilin-5-sulfonsäure, 2-Methoxyanilin-5-sulfonsäure, 2-Methylanilin-4-sulfonsäure, 4-Nitroanilin-2-sulfonsäure, 4-Äthoxyanilin-2-sulfonsäure, 4-Äthylanilin-2-sulfonsäure, 4-Acetylaminonaphthalin-2-sulfonsäure, 3,4-Dichloranilin, o-, m- und p-Nitroanilin, m- und p-Aminoacetanilid, 4-Amino-2-acetylaminotoluol-5-sulfonsäure, 4-Methoxyanilin-3-sulfonsäure, 1-Aminonaphthalin-2-, -4-, -5-, -6-, -7- oder -8-sulfonsäure, 2-Aminonaphthalin-1-, -5- oder -6-sulfonsäure, 1-Aminonaphthalin-3,6- oder -5,7-disulfonsäure, 2-Aminonaphthalin-1,5-, -1,7-, -3,6-, -5,7-, -4,8- oder -6,8-disulfonsäure, 1-Aminonaphthalin-2,5,7-trisulfonsäure, 2-Aminonaphthalin-1,5,7-, -3,6,8- oder -4,6,8-trisulfonsäure, 1-Amino-2-hydroxy-6-nitronaphthalin-4-sulfonsäure, 2-Amino-1-hydroxynaphthalin-4,8-disulfonsäure, 1-Amino-3-acetylaminobenzol (verseift), 1-Amino-3-acetylaminobenzol-5- oder -6-sulfonsäure (verseift), 1-Amino-4-acetylaminobenzol-2-sulfonsäure (verseift), 1-Amino-3-(N-acetyl-N-methylamino)-benzol (verseift), 3- oder 4-Nitroanilin (reduziert), 2-Methoxy-4- oder -5-nitroanilin (reduziert), 2-Methoxy-3-nitro-5-methylanilin (reduziert) und 2-Methoxy-3-nitro-5-chloranilin.

b) o-Alkoxy- oder o-Hydroxyaminobenzole (Rest B):

1-Amino-2-methoxy-5-methylbenzol, 1-Amino-2,5-dimethoxybenzol, 1-Amino-2-methoxybenzol-1-Amino-2-methoxy-5-chlorbenzol, 1-Amino-2-methoxy-5-äthylbenzol, 1-Amino-2,5-diäthoxybenzol, 1-Amino-2-äthoxybenzol und 2-Acetylaminophenol (verseift).

c) Naphtholsulfonsäuren bzw. Aminonaphtholsulfonsäuren: 2-Amino-8-hydroxynaphthalin-6-sulfonsäure, 2-Amino-6-

hydroxynaphthalin-8-sulfonsäure, 2-Amino-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure, 2-Amino-5-hydroxynaphthalin-1,7-disulfonsäure, 2-Aminobenzoylamino-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure, 2-(4'-Aminophenylamino)-5-hydroxynaphthalin-3',7-disulfonsäure, 2-Amino-8-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure, 1-Aminobenzoylamino-8-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure, 2-Amino-5-hydroxynaphthalin-4,8-disulfonsäure, 1-Amino-8-hydroxynaphthalin-3,6- oder -4,6-disulfonsäure, 2-N-Phenylamino-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure, 2-N-Methylamino-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure, 2-N-Acetyl-N-methylamino-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure, 2-N-(2'-Hydroxyäthylamino)-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure, 2-N-Methylamino-8-hydroxynaphthalin-6-sulfonsäure, 3-Amino-2-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure, 1-Hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure, 1-Hydroxynaphthalin-4,8-disulfonsäure, 1-Hydroxynaphthalin-3,8-disulfonsäure, 1-Hydroxynaphthalin-3,6,8-trisulfonsäure und 1-Hydroxynaphthalin-4-, -5- oder -8-sulfonsäure.

Die Herstellung der Farbstoffe der Formel (6) ist in den nach folgenden Ausführungsbeispielen nicht in allen Fällen beschrieben, sie ergibt sich jedoch ohne weiteres aus dem oben Gesagten.

Als weitere Ausgangsstoffe, die zur Herstellung der Reaktivfarbstoffe der Formel (1) verwendet werden können, seien genannt das 2,4,6-Trifluor-s-triazin der Formel (8) (Cyanurfluorid) sowie beispielsweise die folgenden Aminoverbindungen der Formel (9):

Ammoniak, Methylamin, Dimethylamin, Äthylamin, Diäthylamin, Propylamin, Isopropylamin, Butylamin, Dibutylamin, Isobutylamin, sek.-Butylamin, tert.-Butylamin, Hexylamin, Methoxyäthylamin, Äthoxyäthylamin, Methoxypropylamin, Chloräthylamin, Hydroxyäthylamin, Dihydroxyäthylamin, Hydroxypropylamin, Aminoäthansulfonsäure, β -Sulfatoäthylamin, Benzylamin, Cyclohexylamin, Anilin, o-, m- und p-Toluidin, 2,3-, 2,4-, 2,5-, 2,6-, 3,4- und 3,5-Dimethylanilin, o-, m- und p-Chloranilin, N-Methylanilin, N-Äthylanilin, 3- oder 4-Acetylaminonitroanilin, o-, m- und p-Nitroanilin, o-, m- und p-Aminophenol, 2-Methyl-4-nitroanilin, 2-Methyl-5-nitroanilin, 2,5-Dimethoxyanilin, 3-Methyl-4-nitroanilin, 2-Nitro-4-methylanilin, 3-Nitro-4-methylanilin, o-, m- und p-Phenylen-diamin, 3-Amino-4-methylanilin, 4-Amino-3-methylanilin, 2-Amino-4-methylanilin, o-, m- und p-Anisidin, o-, m- und p-Phenetidin, 2-Methoxy-5-methylanilin, 2-Äthoxy-5-methoxyanilin, 4-Bromanilin, 3-Aminobenzamin, 4-Aminophenylsulfamid, 3-Trifluormethylamin, 3- und 4-Aminophenylharnstoff, 1-Naphthylamin, 2-Naphthylamin, 2-Amino-1-hydroxy-naphthalin, 1-Amino-4-hydroxy-naphthalin, 1-Amino-8-hydroxy-naphthalin, 1-Amino-2-hydroxy-naphthalin, 1-Amino-7-hydroxy-naphthalin, Orthansäure, Metansäure, Sulfansäure, Anilin-2,4-disulfonsäure, Anilin-2,5-disulfonsäure, Anilin-3,5-disulfonsäure, Anthransäure, m- und p-Aminobenzoesäure, 4-Aminophenylmethansulfonsäure, Anilin-N-methansulfonsäure, 2-Aminotoluol-4-sulfonsäure, 2-Aminotoluol-5-sulfonsäure, p-Aminosalicylsäure, 1-Amino-4-carboxy-benzol-3-sulfonsäure, 1-Amino-2-carboxy-benzol-5-sulfonsäure, 1-Amino-5-carboxy-benzol-2-sulfonsäure, 1-Naphthylamin-2-, -3-, -4-, -5-, -6-, -7- und -8-sulfonsäure, 2-Naphthylamin-1-, -3-, -4-, -5-, -6-, -7- und -8-sulfonsäure, 1-Naphthylamin-2,4-, -2,5-, -2,7-, -2,8-, -3,5-, -3,6-, -3,7-, -3,8-, -4,6-, -4,7-, -4,8- und -5,8-disulfonsäure, 2-Naphthylamin-1,5-, -1,6-, -1,7-, -3,6-, -3,7-, -4,7-, -4,8-, -5,7- und -6,8-disulfonsäure, 1-Naphthylamin-2,4,6-, -2,4,7-, -2,5,7-, -3,5,7-, -3,6,8- und -4,6,8-trisulfonsäure, 2-Naphthylamin-1,3,7-, -1,5,7-, -3,5,7-, -3,6,7-, -3,6,8- und -4,6,8-trisulfonsäure, 2-, 3- und 4-Aminopyridin, 2-Aminobenzthiazol, 5-, 6- und 8-Aminochinolin, 2-Aminopyrimidin, Morpholin, Piperidin und Piperazin.

Die Kondensation des 2,4,6-Trifluor-s-triazins der Formel (8) mit den Farbstoffen der Formel (6) und den Aminoverbin-

dungen der Formel (9) erfolgen vorzugsweise in wässriger Lösung oder Suspension, bei niedriger Temperatur und bei schwach saurem, neutralem bis schwach alkalischem pH-Wert, und so dass im fertigen Reaktivfarbstoff der Formel (1) noch mindestens ein Fluoratom als abspaltbarer Rest übrig bleibt. Vorteilhaft wird der bei der Kondensation freiwerdende Fluorwasserstoff laufend durch Zugabe wässriger Alkalihydroxyde, -carbonate oder -bicarbonate neutralisiert.

Die Kupferkomplexfarbstoffe der Formel (1) sind faserre-
10 aktiv, da sie im s-Triazinrest bzw. in den beiden s-Triazinresten je ein abspaltbares Fluoratom enthalten.

Unter faserreaktiven Verbindungen sind solche zu verstehen, die mit den Hydroxygruppen der Cellulose oder mit den Aminogruppen von natürlichen oder synthetischen Polyamiden
15 unter Bildung kovalenter chemischer Bindungen zu reagieren vermögen.

Die Reaktivfarbstoffe der Formel (1) können isoliert und zu brauchbaren, trockenen Färbepreparaten verarbeitet werden.

Die Isolierung erfolgt vorzugsweise bei möglichst niedrigen
20 Temperaturen durch Aussalzen und Filtrieren. Die filtrierten Farbstoffe können gegebenenfalls nach Zugabe von Coupagemitteln und/oder Puffermitteln, z.B. nach Zugabe eines Gemisches gleicher Teile Mono- und Dinatriumphosphat, getrocknet werden; vorzugsweise wird die Trocknung bei nicht zu hohen
25 Temperaturen und unter vermindertem Druck vorgenommen. Durch Zerstäubungstrocknung des ganzen Herstellungsgemisches kann man in gewissen Fällen die erfindungsgemässen trockenen Präparate direkt, d.h. ohne Zwischenisolierung der
30 Farbstoffe herstellen.

Die Reaktivfarbstoffe der Formel (1) sind neu. Sie zeichnen sich durch hohe Reaktivität aus, und sie ergeben Färbungen mit guten Nass- und Lichtechtheiten. Besonders hervorzuheben ist es, dass die Farbstoffe eine gute Löslichkeit und Elektrolytlöslichkeit bei guten Auszieheigenschaften und hoher Farbstoff-
35 Fixierung aufweisen, und dass sich die nicht fixierten Anteile leicht entfernen lassen.

Die Reaktivfarbstoffe der Formel (1) eignen sich zum Färben und Bedrucken der verschiedensten Materialien, wie Seide, Leder, Wolle, Superpolyamidfasern und Superpolyamidurethanen, insbesondere aber cellulosehaltiger Materialien faseriger Struktur, wie Leinen, Zellstoff, regenerierte Cellulose und vor allem Baumwolle. Sie eignen sich sowohl für das Ausziehverfahren als auch zum Färben nach dem Foulardfärbverfahren, wo-
40 nach die Ware mit wässrigen und gegebenenfalls auch salzhaltigen Farbstofflösungen imprägniert wird, und die Farbstoffe nach einer Alkalibehandlung oder in Gegenwart von Alkali, gegebenenfalls unter Wärmeeinwirkung fixiert werden.

Sie eignen sich auch zum Druck, insbesondere auf Baumwolle, ebenso aber auch zum Bedrucken von stickstoffhaltigen Fasern, z.B. von Wolle, Seide oder Wolle enthaltenden Mischgeweben.

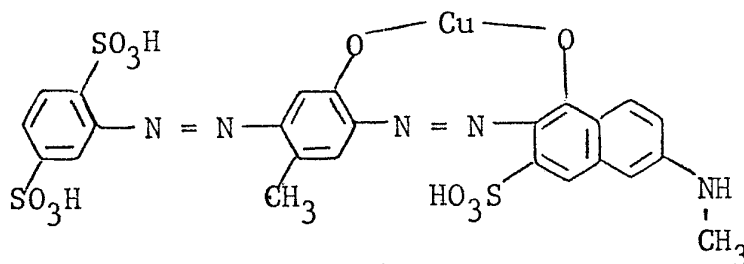
Es empfiehlt sich, die Färbungen und Drucke einem gründlichen Spülen mit kaltem und heissem Wasser, gegebenenfalls unter Zusatz eines dispergierend wirkenden und die Diffusion der nicht fixierten Anteile fördernden Mittels zu unterwerfen.

Ähnliche Farbstoffe sind aus der Schweizerischen Patentschrift Nr. 495 462 bekannt. Diese unterscheiden sich von den erfindungsgemässen Reaktivfarbstoffen durch andersartige nichtchromophore Substituenten am Monofluortriazin-Rest.

In den nachfolgenden Beispielen bedeuten die Teile Gewichtsteile, und die Temperaturen sind in Celsiusgraden angegeben.
65

Beispiel 1

10 Teile des Farbstoffes der Formel



werden in 70 Teilen Wasser bei pH 7 gelöst und die Lösung durch Zugabe von 40 Teilen Eis auf 0° gekühlt. Unter gutem Rühren werden 2 Teile 2,4,6-Trifluortriazin zugetropft, wobei man durch gleichzeitige Zugabe von Natriumcarbonat-Lösung einen pH-Wert von 6,5 aufrecht erhält.

Anschließend gibt man 3 Vol.-Teile konzentrierte wässrige Ammoniaklösung zu und rührt 2 Stunden bei 5 bis 10°. Der entstandene Reaktivfarbstoff wird durch Einstreuen von Natriumchlorid abgeschieden, abfiltriert, die Farbstoffpaste mit einer wässrigen Dinatriumphosphatlösung vermischt und getrocknet.

Der erhaltene Farbstoff färbt Baumwolle aus langer Flotte in intensiven marineblauen Tönen.

Verwendet man anstelle von Ammoniak die in nachfolgender Tabelle aufgeführten Amine, so erhält man marineblaue Farbstoffe mit ähnlichen Eigenschaften.

Beispiel Amine

2	N-Methylamin
3	N-Methylanilin
4	2-Methylanilin
5	4-Methoxyanilin
6	3-Aminobenzolsulfonsäure
7	4-Aminobenzoesäure
8	4-Methylanilin
9	3-Methylanilin
10	4-Aminobenzolsulfonsäure
11	2-Amino-4-methylmethoxybenzol
12	3-Trifluormethylanilin
13	4-Aminobenzylsulfonsäure
14	Butylamin
15	2-Aminoäthansulfonsäure
16	2-Aminoäthanol
17	Anilin
18	3-Aminoacetanilid
19	4-Aminophenylharnstoff
20	2-Aminonaphthalin-6-sulfonsäure
21	2-Aminonaphthalin-4,8-disulfonsäure

Beispiel 22

25,3 Teile Anilin-2,4-disulfonsäure werden in üblicher Weise diazotiert und in schwach saurer Lösung mit 13,7 Teilen 3-Amino-4-methoxytoluol gekuppelt. Der entstandene Aminoazofarbstoff wird durch Zugabe von Natriumchlorid ausgefällt, abfiltriert und wieder in Wasser gelöst. Man diazotiert durch Zugabe von Salzsäure und Natriumnitrit und kuppelt bei einem pH-Wert von 8 bis 8,5 mit 29,5 Teilen N-Acetyl-N-methyl-2-amino-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure. Zu der entstandenen tief-violetten Lösung gibt man nun 100 Vol.-Teile konzentrierte wässrige Ammoniaklösung und 140 Vol.-Teile 1N Kupfersulfatlösung und rührt 12 Stunden unter Rückfluss bei 95°. Aus der tiefblauen Lösung wird der Kupferkomplex durch Zugabe von Natriumchlorid ausgefällt und abgesaugt. Zur Verseifung der Acetylgruppe wird der Farbstoff 2 Stunden in 1N Natronlauge auf 85° erwärmt, dann nach dem Erkalten auf 25° mit Salzsäure auf pH 3 angesäuert und abgesaugt.

35,5 Teile des Kupferkomplexfarbstoffes werden in 250 Teilen Wasser neutral gelöst und auf 0° gekühlt. Man fügt 150 Teile Eis zu und tropft in die Lösung bei einem pH-Wert von 6 bis 7,1 Teile 2,4,6-Trifluor-1,3,5-triazin. Nach beendeter Kondensation wird eine Lösung von 5,4 Teilen 4-Aminotoluol in Aceton zugefügt und bei 5 bis 10° und pH 7,5 kondensiert. Durch Eindampfen des Reaktionsgemisches zur Trockne wird der Farbstoff als blauschwarzes Pulver isoliert. Er färbt Baumwolle in echten marineblauen Tönen.

In analoger Weise werden aus den Komponenten
A = Anfangskomponente
B = Mittelkomponente
N = Endkomponente

durch zweimalige Kupplung und entmethylierende Kupferung Kupferkomplexe von Aminodisazofarbstoffen erhalten, die durch Kondensation mit Cyanurfluorid und einem zweiten Triazinsubstituenten T weitere echte Farbstoffe ergeben.

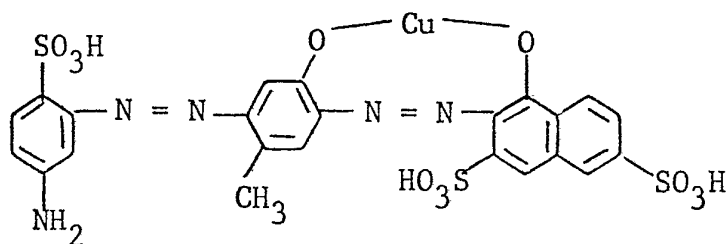
Nr.	A = Anfangskomponente	B = Mittelkomponente	N = Endkomponente	T = Triazinsubstituent	Farbton auf Baumwolle
23	Anilin-2,4-disulfonsäure	3-Amino-4-methoxytoluol	2,N-Methylamino-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure	Ammoniak	marineblau
24	do.	do.	2,N-(2'-Hydroxyäthylamino)-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure	Anilin	do.
25	Anilin-2,5-disulfonsäure	do.	2-Amino-5-hydroxynaphthalin-1,7-disulfonsäure	3-Aminotoluol	do.
26	do.	2-Amino-1,4-dimethoxybenzol	do.	4-Aminobenzoesäure	do.

(Fortsetzung)

Nr.	A = Anfangs- komponente	B = Mittel- komponente	N = Endkomponente	T = Triazinsubstituent	Farbton auf Baumwolle
27	Anilin-2,5-disulfonsäure	2-Aminoanisol	2-Amino-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure	n-Butylamin	marineblau
28	do.	3-Amino-4-methoxytoluol	2-Amino-8-hydroxynaphthalin-6-sulfonsäure	2-Aminoäthanol	do.
29	do.	do.	2-Methylamino-8-hydroxynaphthalin-6-sulfonsäure	2-Amino-1,4-dimethylbenzol	do.
30	Anilin-3-sulfonsäure	do.	2-N-Methylamino-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure	Anilin-3-sulfonsäure	do.
31	Anilin-4-sulfonsäure	do.	do.	Anilin-3,5-disulfonsäure	do.
32	Anilin-3,5-disulfonsäure	do.	do.	4-Aminoanisol	do.
33	2-Amino-5-sulfobenzoesäure	do.	do.	4-Chloranilin	do.
34	2-Amino-4-sulfobenzoesäure	do.	do.	4-Aminoacetanilid	do.
35	5-Amino-4-methylbenzol-1,3-disulfonsäure	do.	2-Amino-8-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure	3-Aminophenylharnstoff	do.
36	2-Aminonaphthalin-1,5-disulfonsäure	do.	2-Amino-8-hydroxynaphthalin-6-sulfonsäure	3-Aminobenzamid	blauschwarz
37	1-Aminonaphthalin-2,5,7-trisulfonsäure	do.	2-Amino-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure	4-Aminophenylsulfamid	do.
38	2-Aminotoluol-4-sulfonsäure	3-Amino-4-methoxychlorbenzol	2-Amino-5-hydroxynaphthalin-1,7-disulfonsäure	3-Methoxypropylamin	marineblau
39	2-Amino-5-methylbenzolsulfonsäure	3-Amino-4-methoxytoluol	2-Amino-5-hydroxynaphthalin-4,8-disulfonsäure	Äthylamin	dunkelblau
40	5-Amino-4-methoxybenzol-1,3-disulfonsäure	3-Amino-4-methoxyäthylbenzol	3-Amino-2-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure	N-Methylanilin	blau
41	4-Amino-3-chlorbenzolsulfonsäure	2-Acetylaminophenol (verseift)	8-Amino-1-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure	4-Bromanilin	blau
42	4-Amino-3-methylbenzolsulfonsäure	3-Amino-4-methoxytoluol	8-Amino-1-hydroxynaphthalin-3,5-disulfonsäure	Diäthylamin	blau
43	2-Aminobenzolsulfonsäure	3-Amino-4-methoxytoluol	2-N-Methylamino-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure	4-Aminophenylmethansulfonsäure	marineblau
44	4-Aminobenzolsulfonsäure	do.	do.	1-Amino-3,4-dimethylbenzol	do.
45	do.	do.	do.	1-Amino-4-methoxyäthoxybenzol	do.
46	2-Aminobenzol-1,4-disulfonsäure	do.	do.	4-Aminoäthoxybenzol	do.
47	do.	2-Aminoanisol	do.	4-Methylanilin	do.

(Fortsetzung)

Nr.	A = Anfangskomponente	B = Mittelkomponente	N = Endkomponente	T = Triazinsubstituent	Farbton auf Baumwolle
48	2-Aminobenzol-1,4-disulfonsäure	2-Amino-1,4-dimethoxybenzol	2-N-Methylamino-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure	Ammoniak	marineblau
49	do.	2-Amino-1,4-diäthoxybenzol	do.	3-Aminotoluol	do.

*Beispiel 50*14 Teile des Kupferkomplex-Disazofarbstoffes der Formel ¹⁵

(als Trinatriumsalz)

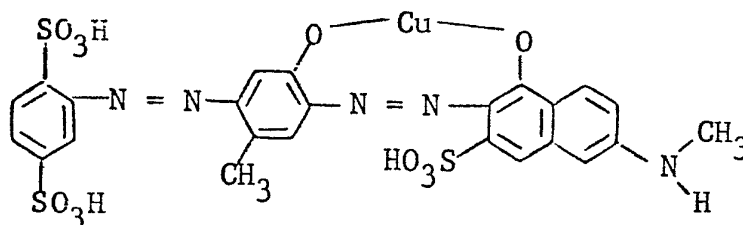
werden in 100 Teilen Wasser gelöst und die Lösung durch Eiszugabe auf 0° gekühlt. Man fügt 1,4 Teile Dinatriumhydrogenphosphat zu und tropft nun unter gutem Rühren 2,75 Teile 2,4,6-Trifluor-1,3,5-triazin zu, wobei man durch gleichzeitige Zugabe von Natriumhydroxylösung den pH-Wert des Reaktionsgemisches bei 6,5 hält. Nach vollständiger Umsetzung, die durch Dünnschichtchromatographie verfolgt wird, gibt man 2,2 Teile 3-Aminotoluol zu und lässt auf 20° erwärmen, wobei wie-

²⁵

derum der bei der Kondensation freiwerdende Fluorwasserstoff kontinuierlich neutralisiert wird. Durch Einengen der erhaltenen Farbstofflösung im Vakuum erhält man ein dunkles Farbstoffpulver. Der Farbstoff färbt Materialien aus Cellulosefasern in echten Blautönen.

³⁰*Beispiel 51*

10 Teile des Kupferkomplex-Disazofarbstoffes der Formel



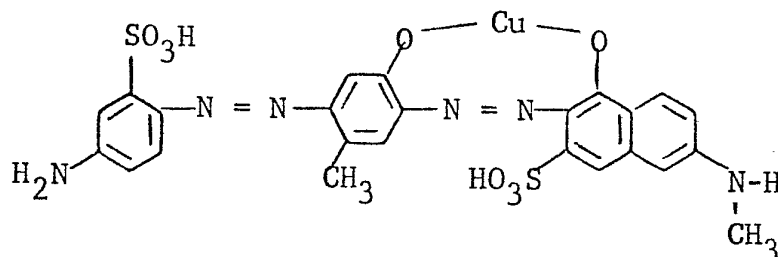
werden in 100 Teilen Wasser bei pH 7 gelöst. Man gibt eine Lösung von 3,3 Teilen 2-(2'-Methylphenylamino)-4,6-difluor-1,3,5-triazin in 15 Teilen Aceton zu und rührt das Gemisch 8 Stunden bei 15°, wobei durch Zutropfen von 1N Natriumhydroxyd der pH-Wert bei 6,5 bis 7 gehalten wird. Nach der angegebenen Reaktionszeit ist chromatographisch kein Ausgangsmaterial mehr nachweisbar. Der Farbstoff wird durch Einstreuen von

⁴⁵

Kochsalz in die Lösung abgeschieden, abfiltriert und getrocknet. Er ist mit dem gemäß Beispiel 4 erhaltenen Produkt identisch.

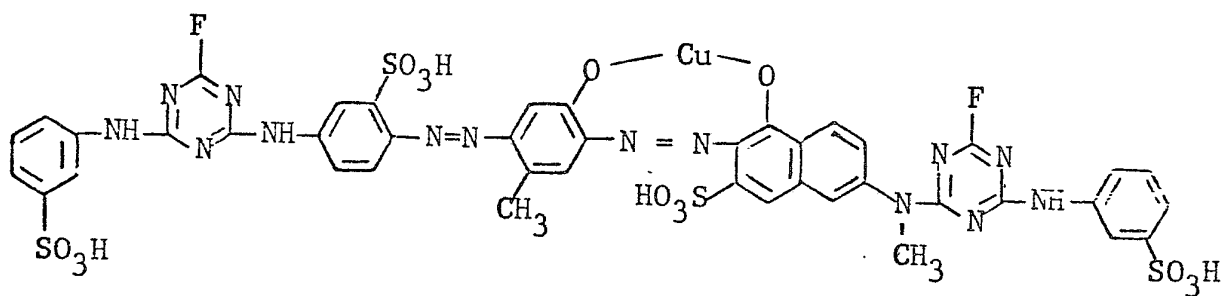
Beispiel 52

Zu einer Lösung von 34,6 Teilen des Dinatriumsalzes des Farbstoffes der Formel

⁵⁰⁶⁵

in 600 Teilen Wasser tropft man bei 0° unter gutem Rühren 14 Teile 2,4,6-Trifluor-1,3,5-triazin, wobei man durch Zugabe von Natriumbicarbonatlösung den pH-Wert bei 6 hält. Nach voll-

ständiger Umsetzung gibt man 19 Teile 3-Aminobenzolsulfonsäure zu und rührt 3 Stunden bei pH 7,5 und einer Temperatur von 25°. Der erhaltene Farbstoff der Formel



färbt Baumwolle in echten dunkelblauen Tönen.

Färbevorschrift I

2 Teile des gemäss Beispiel 1 erhaltenen Farbstoffes werden unter Zusatz von 0,5 Teilen m-nitrobenzolsulfonsaurem Natrium in 100 Teilen Wasser gelöst. Mit der erhaltenen Lösung wird ein Baumwollgewebe imprägniert, so dass es um 75 % seines Gewichtes zunimmt, und dann getrocknet.

Danach imprägniert man das Gewebe mit einer 20° warmen Lösung, die pro Liter 5 Gramm Natriumhydroxyd und 300 Gramm Natriumchlorid enthält, quetscht auf 75 % Gewichtszunahme ab, dämpft die Färbung während 30 Sekunden bei 100 bis 101°, spült, seift während einer Viertelstunde in einer 0,3%igen kochenden Lösung eines ionenfreien Waschmittels, spült und trocknet.

Färbevorschrift II

2 Teile des gemäss Beispiel 1 erhältlichen Farbstoffes werden in 100 Teilen Wasser gelöst.

Die Lösung gibt man zu 1900 Teilen kaltem Wasser, fügt 60 Teile Natriumchlorid zu und geht mit 100 Teilen eines Baumwollgewebes in dieses Färbebad ein.

Man steigert die Temperatur auf 40°, wobei nach 30 Minuten 4 Vol.-Teile 30%ige Natronlauge, 10 Teile kalzinierte Soda und nochmals 60 Teile Natriumchlorid zugegeben werden. Man hält die Temperatur 30 Minuten auf 40°, spült und seift dann die Färbung während 15 Minuten in einer 0,3%igen kochenden Lösung eines ionenfreien Waschmittels, spült und trocknet.