

(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>

C09B 43/16

C09B 43/40

(45) 공고일자 1991년07월13일

(11) 공고번호 특 1991-0004809

(21) 출원번호

특 1983-0006328

(65) 공개번호

특 1984-0007422

(22) 출원일자

1983년 12월 30일

(43) 공개일자

1984년 12월 07일

(30) 우선권주장

1207 1983년 01월 10일 일본(JP)

(71) 출원인

낫쁜 가아꾸 가부시끼가이샤 사까노 쓰네가즈

일본국 도오꼬오도 지요다꾸 후지미 1조오메 11-2

(72) 발명자

오다니 준지

일본국 사이다마켄 요노시 가미오찌아이 1090

와다나베 시게유끼

일본국 도오꼬오도 기다꾸시모 4-31-11

(74) 대리인

장용식

**심사관 : 김 늘 규 (책자공보 제2366호)****(54) 디아조화합물의 제조방법****요약**

내용 없음.

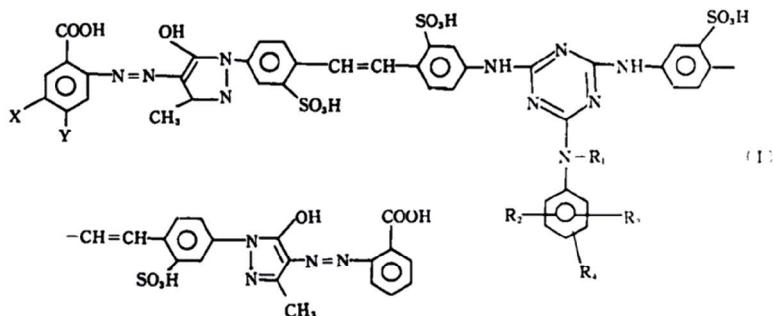
**명세서**

[발명의 명칭]

디아조화합물의 제조방법

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 디아조화합물의 제조방법에 관한 것이며, 그 디아조화합물을 사용한 셀루로오즈섬유의 염색방법에도 관한 것이다. 보다 상세히 말하면 본 발명은 다음 일반식(I)의 디아조화합물의 제조방법에 관한 것이다.



여기서 X와 Y의 하나는 수소이고, 다른 하나는 SO<sub>3</sub>H, R<sub>1</sub>은 수소, 메틸 또는 에틸이며 R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> 및 R<sub>4</sub>는 각각 별개의 수소, 메틸, 에틸, 메톡시, 에톡시, 아세틸아미노, 벤조일아미노, 또는 염소, 또는 그들의 동작영이며, 또한 본 발명은 이와같은 것을 사용한 셀루로오즈섬유의 염색방법도 기재한다.

본 발명의 디아조화합물은 천연 또는 재생 셀루로오즈섬유, 특히 면섬유 또는 면함유의 염색에 적절하며 그들 섬유를 우수한 견뢰도 특성을 지닌 노란색으로 염색하는데 적당한 것이 특징이다.

지금까지, 천연 또는 재생 셀루로오즈섬유 염색을 위해 수많은 염료가 시중에 나와 있으며 그중 특히 직접염료가 염료조절 작용과 공정이 용이하고 여러 조건하에서 사용될 수가 있어서 넓게 사용되었다. 그러나, 상기 직접염료는 셀루로오즈섬유, 특히 면섬유에 적용되었을 때 색상견뢰도, 세탁견뢰도가 매우 낮으며 땀/일광 및 염소에 대한 견뢰도 또한 불충분하여 이들의 적용범위는 제한되어 왔다.

분산염료에 의한 폴리에스테르 섬유의 염색이 일반적으로 산성염색의 고온조건하에서 진행되기에 셀루로오즈 섬유의 염색조건은 보통 폴리에스테르 섬유의 조건과 일치되지 않는다. 그러므로, 셀루로오즈섬유의 섬유흔방 또는 훈방편성섬유의 염색, 예를들면 셀루로오즈섬유와 합성섬유와의 훈방섬유의 염색, 특히 면과 폴리에스테르의 훈방섬유염색에서는 두육염색 또는 한육씩의 두단계 염색공정의 비싼공정이

요구되는 등 번잡하다. 그러므로, 면과 폴리에스테르섬유의 훈방섬유를 위한 한육 한단계 염색방법이 염색공정과 염색비용의 절약면에서 효과적이므로 요구된다.

본 발명자들은 셀루로오즈섬유와 그의 훈방섬유의 염색방법의 효과에 있어서의 향상과 염색된 물질의 견뢰도 증진에 많은 노력을 기울이고 있었던바, 상기 기술된 목적이 일반식(I)의 디아조화합물 또는 그것의 동착염의 사용으로 달성될 수 있음을 발견하게 되었다. 본 발명은 이러한 발견에 입각한다.

일반식(I)의 화합물 또는 그의 동착염에 대한 유사한 구조를 가진 수많은 염료들이 널리 알려져 있다. 예를들면, 그러한 염료들은 일본특허 No.148,349, 349 일본특허공보 No.5759/1972 및 영국특허 No.692,465등에 기술되어 있다.

이 공지의 염료들이 셀루로오즈섬유 염색에 사용되고 있지만, 염색성, 견뢰도 또는 고온산성용에서의 적응성 등에 많은 문제점을 내포한다.

이 공지의 염료와 본 발명의 화합물과의 비교를 다음 도표에 나타낸다. 이 도표에서 고온산성용에서의 견뢰도 및 적응성은 다음 시험기준에 따라 결정된다.

세탁 : J.I.S. L0844(1973) A-2, A-4

염소 : I.S.O. 105-E03-1978 사용가능한 염소 20ppm 고온산성

온도에 대한 적응성 : pH 4.5±0.5에서 60분 동안 130°C에서 염색

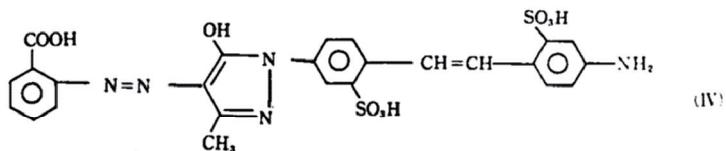
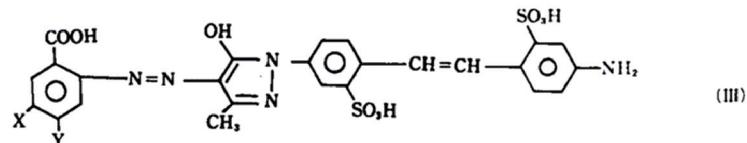
	염 표 구 조	견 뢰 도		염 소	고온 산성용 대한 적응성
		세	탁		
	일본특허 No. 148349의 염료	3	2	3	×
					분해됨
공지의	일본특허 No. 692465의 염료	3	2	3	×
					수용성이 나쁨
염 표	일본특허 No. 692465의 염료	4	2~3	3~4	△~×
					염색성이 저조함
	일본특허 No. 692465의 염료	4	2~3	3~4	○~△
					염색성이 낮음
	일본 특허공보 No. 5759/1972의 염료	3~4	2~3	4	○~△
					염색성이 낮음

(cont'd)					
공지의	일본특허공보 No. 5759/1972의 염료	3~4	2	4	○ 염색성이 좋음
염 표	일본특허공보 No. 5759/1972의 염료	3~4	2~3	4	○~△ 염색성이 낮음
본발명	실시예 1의 염료	4~5	3	4	○ 염색성이 좋음
의	실시예 3의 염료	4~5	3	4	○ 염색성이 좋음
화합물	실시예 4의 염료	4~5	3	4	○ 염색성이 좋음
	실시예 10의 염료	4~5	3	4	○ 염색성이 좋음
	실시예 15의 염료	4	3	4	○ 염색성이 좋음
	실시예 20의 염료	4	3	4	○ 염색성이 좋음

본 발명의 화합물이 셀루로오즈섬유의 염색에 있어서 공지염료에 따르는 문제점을 해결할 수 있도록 공지염료보다 우수하다는 것을 이 도표로부터 분명히 알 수 있다.

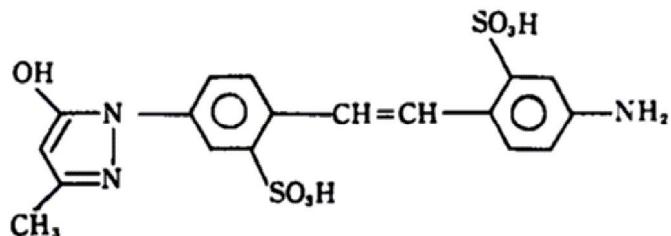
일반적으로, 본 발명의 디아조화합물 또는 그들의 동착염은 다음 방법으로 제조될 수 있다. 먼저, 유리

산형태로 나타내는 일반식(III), (IV)의 아미노아조화합물이 제조된다.



이들 일반식에서 X와 Y의 하나는 수소이고, 나머지는  $\text{SO}_3\text{H}$ 이다.

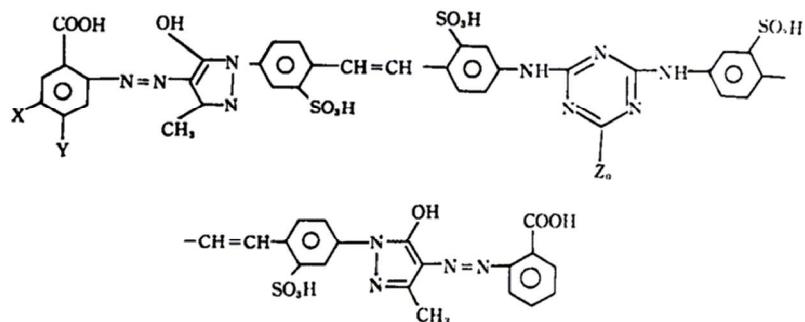
일반식(III)의 아미노아조화합물은 4- 또는 5-술포안트란닐산과 같은 해당 술포안트린닐산을 디아조화한 다음 유리산 형태로 다음 일반식(V)로 나타내는 화합물과 디아조화된 생성물과 커플링하므로써 제조될 수 있다.



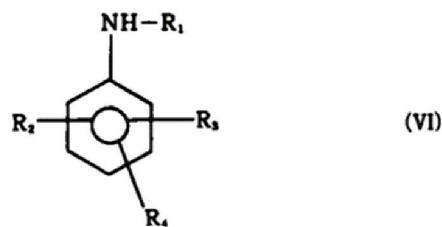
마찬가지로, 일반식(IV)의 아미노아조화합물은 안트란닐산과 일반식(V)의 화합물로부터 제조될 수 있다.

그다음, 브롬화시아누르, 플루오르화시아누르, 되도록이면 염화시아누르와 같은 삼할로겐화시아누르는 어느 순서로든 일반식(III) 및 (IV)의 아미노아조화합물과 축합된다.

유리산형태의 다음 일반식으로 표시되는 축합물은 얻어지며 또 이 축합물은 일반식(VI)의 방향족 아민과 축합된다.



여기서, X와 Y는 상기와 같으며 Zo는 염소, 브롬 또는 플루오르이다.



여기서,  $R_1$ 은 수소, 메틸 또는 에틸이며  $R_2, R_3$ , 및  $R_4$ 는 일반식(I)의 디아조화합물을 얻기 위한 아닐린, N-메틸아닐린, N-에틸아닐린, m-톨루이딘, p-톨루이딘, P-아니시딘, O-아시니딘, O-펜네티딘, 2,5-크실리딘, 2,4,6-메시딘, P-크레시딘, P-아미노아세트아닐라이드, m-아미노아세트아닐라이드, P-아미노벤즈아닐라이드, m-클로로아닐린 또는 3,4-미클로로아닐린 등과 같은 각각 별개의 수소, 메틸, 에틸, 메톡시, 아세틸아미노, 벤조일아미노 또는 염소이다.

일반식(III), (IV) 및 (V)의 화합물과 삼할로겐화 시아누르의 축합반응은 종래방법 중 어느 것으로든지 진행될 수 있으나, 바람직한 반응조건은 다음과 같다.

첫번째 축합반응은 0 내지 25°C, 특히 5 내지 15°C의 온도와 pH 3 내지 7, 특히 4 내지 6.5의 pH로 진행되며 두번째 축합반응은 40내지 80°C, 특히 50 내지 70°C 및 pH 5 내지 8, 특히 pH 6 내지 7로 진행되고 세번째 축합반응은 70내지 105°C, 특히 80 내지 100°C의 온도와 pH 2 내지 6, 특히 pH 3 내지 5로 진행된다.

따라서 얻어진 일반식(I)의 디아조화합물은 종전방법으로 분리될 수 있다. 예를들면, 반응용액은 증발에 의해 농축되거나 생성물은 염으로 양금이 생기게 되며 여과에 의해 분리되고 보통 여느 방법으로 건조된다.

일반식(I) 화합물의 동작염은 동작화제, 보통 황산구리, 초산구리, 염화구리 등과 같은 수용성 동(II) 염등을 사용하여 일반식(I)의 디아조화합물을 동작염화 반응시킴으로써 제조될 수 있다.

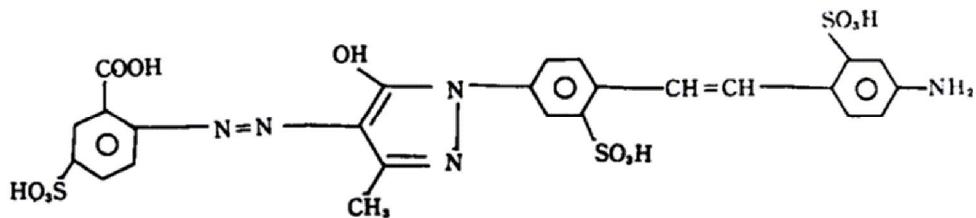
동작염화반응을 일반적으로 예를들면 40 내지 110°C, 바람직하게는 60 내지 100°C의 온도 및 pH 4 내지 10, 바람직하게는 pH 5 내지 9의 반응조건 하에서 종전방법으로 진행될 수 있다. 종전의 암모니아, 모노에탄올아민 또는 피리딘과 같은 가용화제와 반응촉진제가 반응진행에 있어서 필요하다면 첨가될 수 있다.

본 발명의 일반식(I)의 디아조화합물과 그의 동작염은 셀루로오즈섬유에 높은 염색성과 고온산성염육에서의 높은 적응성을 지니며 셀루로오즈섬유, 특히 면과 면을 함유하는 섬유를 우수한 견뢰도를 지닌 노란색으로 염색할 수 있으며 세탁견뢰도가 우수하며, 특히 면함유섬유, 면과 폴리에스테르 섬유와의 혼방섬유를 폴리에스테르 섬유용 분산염료와 조합하여 고온산성염육에서 염색할 수 있다는데 특색이 있다.

더 나아가서 본 발명을 다음 실시예로 상세히 설명한다. 실시예에서 황산과 카르복실산 그룹은 유리산 형태로 나타낸다.

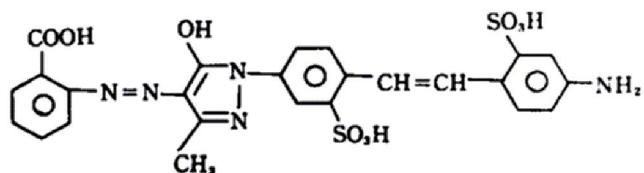
#### [실시예 1]

다음 일반식의 아미노아조화합물의 67,9부를 탄산나트륨의 첨가에 의하여 pH 7로 된 물 700부에 녹였다.



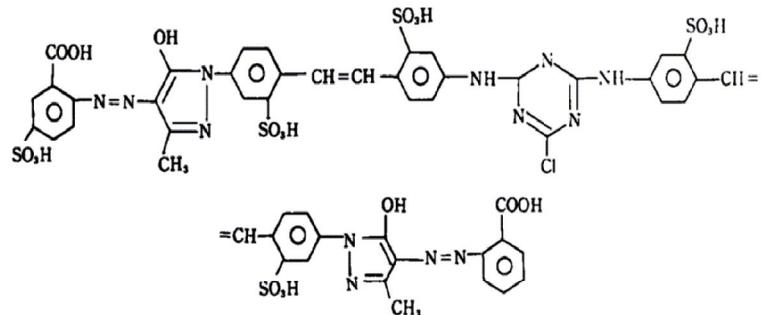
염화시아누르 18,5부를 5 내지 10°C의 온도에서 용액에 첨가하였으며 그다음 탄산나트륨을 용액에 첨가하여 pH 5 내지 6으로 조정하였다. 그로서 반응은 실행되었다. (첫번째 축합)

반응완결후, 다음 일반식의 아미노아조화합물 59,9부를 탄산나트륨의 첨가에 의해 pH 7로 된 물 600부에 녹였다.



혼합물을 천천히 60 내지 65°C로 가열하였다. 반응과정동안 탄산나트륨을 거기에 첨가하여 pH 6 내지 7을 유지하였다. (두번째 축합)

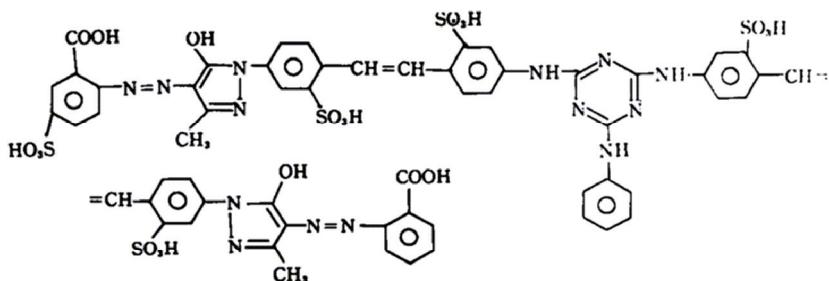
다음 일반식의 화합물을 함유하는 반응용액을 얻었다.



반응완료후, 아닐린 18,6부를 첨가하였으며 혼합물을 85~90°C의 온도로 가열하였다. 반응과정중 탄산나트륨을 첨가하여 pH 5 내지 6으로 유지하였다.(세번째 축합)

반응완료후, 탄산나트륨을 첨가하여 pH 7로 조정하였다. 반응용액 총량의 15%양으로 염화나트륨을 용액에 첨가하여 결정을 침전시켰으며 여과에 의해 회수하였다.

얻어진 화합물이 다음 일반식을 갖는다는 것을 알았다.



이 화합물은 물에 잘 녹아 최대 흡수 파장 ( $\lambda_{\max}$ ) 393nm를 지닌 황색 수용액이었다. 화합물은 면 성유에 높은 염색성을 나타냈으며, 염색된 물질은 선명한 황색을 띠었다. 색상 견뢰도는 매우 높았으며 세탁 견뢰도(A-2)는 4 또는 5등급에 해당하며 염소에 대한 견뢰도는 4등급에 해당하였다.

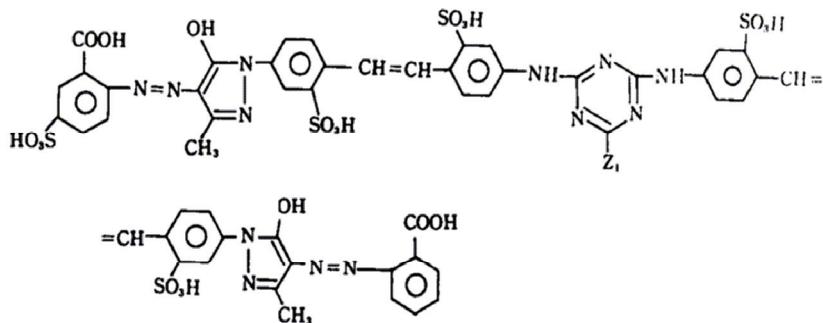
[실시예 2-4]

다음 도표에 나타난 온도와 pH값을 제외하고는 실시예 1과 동등한 공정을 1, 2, 3번째 축합물에 적용하고 반복하여 실시예 1과 같은 화합물을 얻었다.

실시예	축 합					
	첫 번 째		두 번 째		세 번 째	
	온도(°C)	pH	온도(°C)	pH	온도(°C)	pH
2	0~10	5~7	40~50	7~8	70~80	4~5
3	15~25	4~5	60~70	5~7	80~90	3~5
4	15~25	3~4	65~80	5~6	90~105	2~4

[실시예 5-12]

세 번째 축합에서 아닐린 대신에 일반식(VI)의 방향족아민을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1의 공정을 반복하여 다음 일반식의 화합물을 산출하였다.



그 수용액에서  $Z_1$  그룹과  $\lambda_{\max}$ 를 다음 도표에 나타낸다.

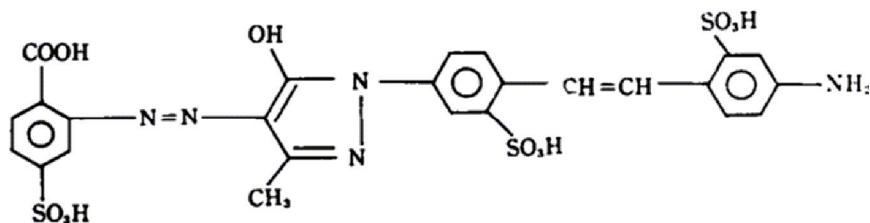
실시예	$Z_1$	$\lambda_{\max}$ (nm)
5	$-\text{CH}_3$ -N- 	394
6	$-\text{NH}-$  $\text{CH}_3$	393
7	$-\text{NH}-$  $\text{OCH}_3$ $\text{CH}_3$	393
8	$-\text{NH}-$  $\text{OC}_2\text{H}_5$	392
9	$-\text{NH}-$  $\text{NHCOCH}_3$	393

10		394
11		392
12		393

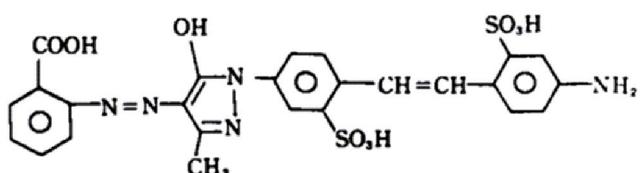
이들 각 화합물은 면섬유를 선명한 황색으로 염색하였으며 견뢰도 특성은 매우 좋았다.

[실시예 3]

다음 일반식의 아미노아조화합물 67,9부를 탄산나트륨을 첨가하여 pH 7로 된 물 700부에 녹였다.



염화시아누르 18,5부를 5 내지 10°C 온도의 생성용액에 첨가하였으며 탄산나트륨을 거기에 첨가하여 pH 5 내지 6으로 조정하였다. 이렇게하여 반응을 실행하였다.(첫번째 축합)반응완료후, 다음 일반식의 아미노조화합물 59,9부를 탄산나트륨을 첨가하여 pH 7로된 물 600부에 녹였다.

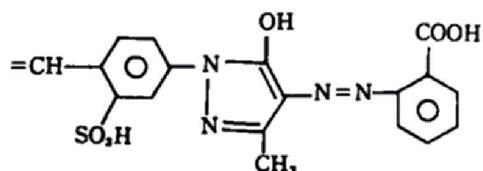
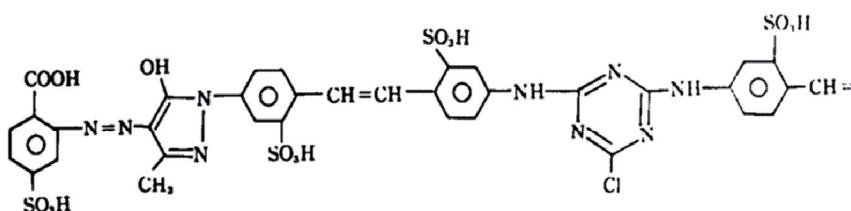


혼합물을 천천히 가열하여 60 내지 65°C 온도에서 반응을 실행하였다.

반응과정 동안에 탄산나트륨을 첨가하여 pH 6 내지 7을 유지하였다.(두번째 축합)반응완료후, 아닐린 18,6부를 첨가하였다. 혼합물을 85 내지 90°C의 온도로 가열하여 반응시켰다.

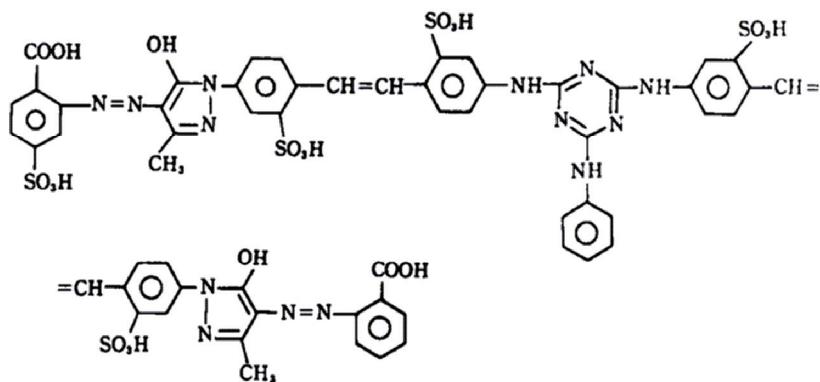
반응과정동안, 탄산나트륨을 첨가하여 pH 5 내지 6을 유지하였다.(세번째 축합)

다음 일반식의 혼합물을 함유하는 반응용액을 얻었다.



반응 완료후, 탄산나트륨을 첨가하여 pH 7로 조정하였다. 반응용액 총량의 15%양으로 탄산나트륨을 용액에 첨가하여 결정을 침전시켰으며 여과에 의해 회수하였다.

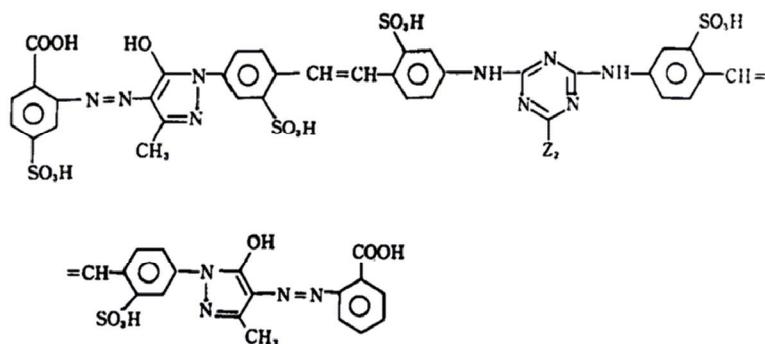
생성물은 다음 일반식을 가졌다.



이 화합물은 물에 매우 잘 녹으며  $\lambda_{\max}$ 을 지닌 용액은 황색을 띠었다. 화합물은 면섬유에 높은 염색성을 나타냈으며 염색된 물질은 선명한 황색을 띠었다. 색상 견뢰도는 매우 높았으며 세탁견뢰도(A-2)는 4 또는 5등급에 해당되었으며 염소에 대한 견뢰도는 4등급에 해당되었다.

[실시예 14-17]

일반식(VI)의 방향족 아민을 아닐린 대신 사용한 것을 제외하고는 실시예 10의 공정을 반복하여 다음 일반식의 화합물을 제조하였다.



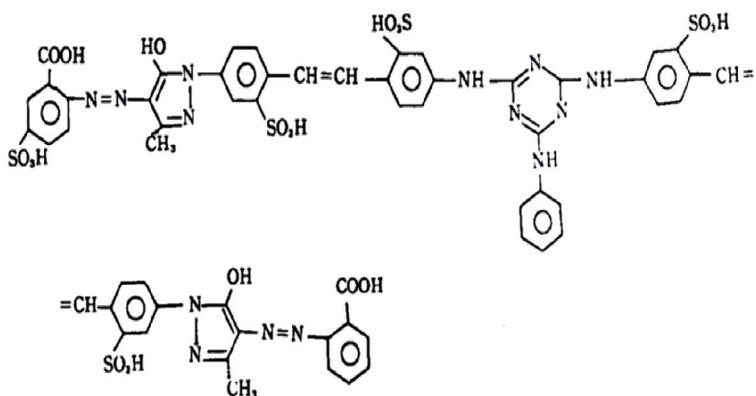
그 수용액에서  $Z_2$ 그룹과  $\lambda_{\max}$ 를 다음 도표에 나타낸다.

실시예	$Z_2$	$\lambda_{\max}$ (nm)
14	$-N(C_6H_5)_2$	391
15	$-NH-C_6H_4-OCH_3$	390
16	$-NH-C_6H_4-C_6H_5$	390
17	$-NH-C_6H_4-Cl$	389

이들 각 화합물은 면섬유를 선명한 황색으로 염색하였으며 색상견뢰도가 매우 좋았다.

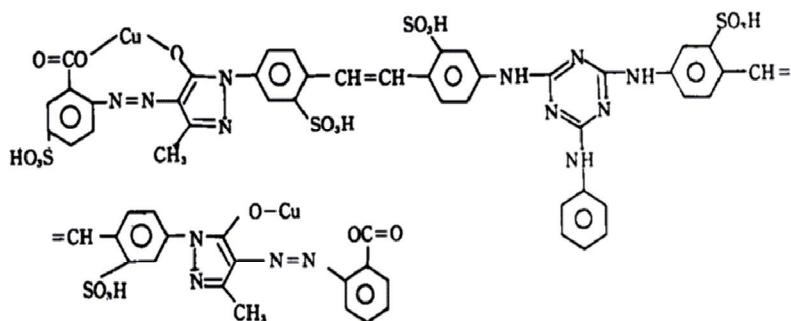
[실시예 18]

다음 일반식의 화합물을 실시예 1의 과정에 따라서 제조하였다.



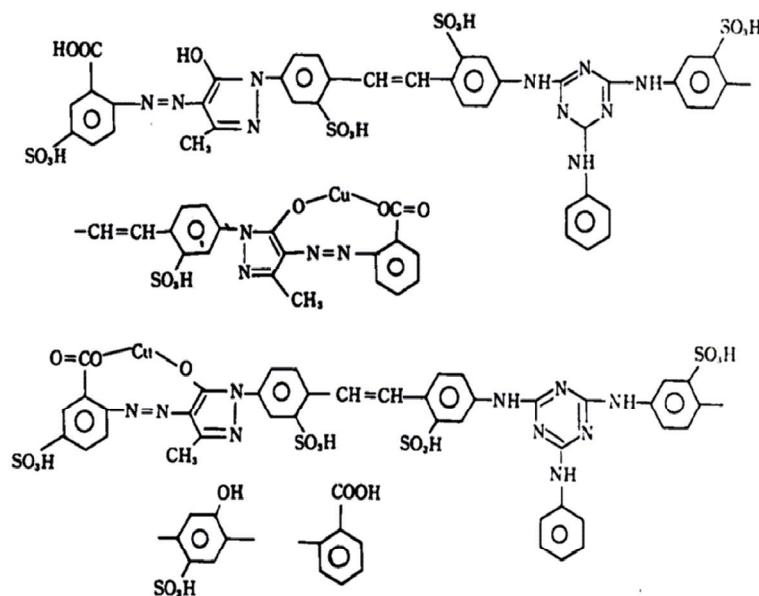
이 화합물을 분리시키지 않고 황산동 5 수화물 50부를 반응용액에 가하였고, 반응혼합물을 70 내지 80°C의 온도에 유지시켰다.

반응과정 중 탄산나트륨을 서서히 가하여 pH를 6 내지 7로 조정하고, pH를 6 내지 7로 유지시켰다. 반응 완결후 염화나트륨을 가하여 결정을 염석시키고, 다음에 이 결정을 여과로 회수하였다. 이 생성물은 다음 일반식을 갖고 있었다.



이 화합물은 물에 가용성이었고, 399nm에서  $\lambda_{max}$ 를 갖는 황색용액이었다. 이 화합물은 면에 대하여 높은 염색성을 나타내어서 균일하게 염색된 물질을 제공하였다. 그의 색상건뢰도는 대단히 양호하여서, 즉 세탁(A-2) 건뢰도는 4등급에 해당되고, 염소에 대한 건뢰도는 4등급에 해당되었다.

이 화합물은 다음 일반식의 화합물을 흔적량 포함하였다.



[실시예 19-22]

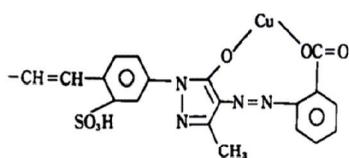
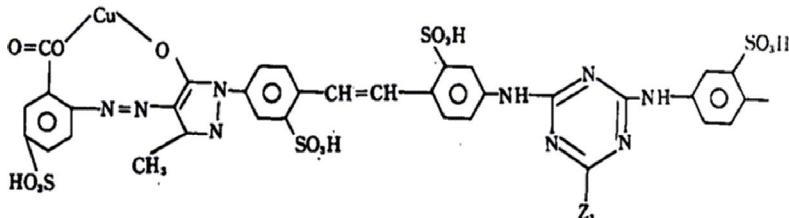
다음 표에 나타낸 온도, pH값, 동-착화제 및 반응촉진제 등의 반응조건을 사용하여 실시예 18에 유사하

개 동착화 반응을 반복하여 실시예 18과 동일한 화합물을 얻었다.

실시예	온도(°C)	pH	동-착화제	반응촉진제
19	40~70	6~7	황산동	암모니아
20	55~70	5~6	"	모노에타놀아민
21	75~85	4~5	아세트산동	암모니아
22	80~110	4~5	염화동	파리딘

[실시예 23~26]

실시예 5, 6, 7 및 11의 디아조화합물 각각을 사용하여 실시예 18과 유사한 동착화반응을 반복하면서 다음 일반식으로 표시되고 다음표에 나타낸 화합물을 제조하였다. 수용액에 있어서의  $\lambda_{max}$ 가 다음표에 도시되어 있다.



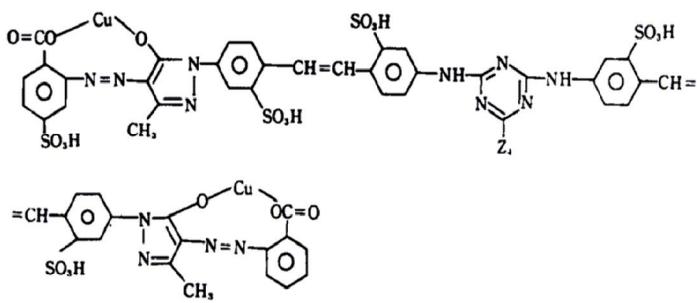
실시예	Z <sub>1</sub>	$\lambda_{max}$ (nm)
23	-N(CH <sub>3</sub> )-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -	398
24	-NH-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -CH <sub>3</sub>	399
25	-NH-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -CO <sub>2</sub> H	396
26	-NH-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -Cl	399

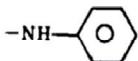
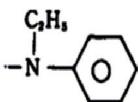
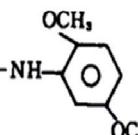
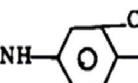
이들 화합물은 실시예 18에 상응하는 성분을 흔적량 함유하였다.

이들 화합물의 각각은 면섬유를 균일하게 황색으로 염색시켰고, 색상견뢰도가 대단히 양호하였다.

[실시예 27~30]

실시예 13, 14, 15 및 17의 디아조화합물 각각을 사용하여 실시예 18과 유사한 동착화 반응을 반복하여 다음 일반식으로 표시되고 다음표에 나타내는 화합물을 제조하였다. 수용액에 있어서의  $\lambda_{max}$ 가 다음표에 도시되어 있다.



실시예	Z <sub>4</sub>	$\lambda_{\text{max}} (\text{nm})$
27		396
28		396
29		395
30		395

이들 화합물은 실시예 18에 상응하는 흔적량의 성분을 함유하였다. 이들 화합물 각각은 면을 균일한 황색으로 염색시켰고 색상견뢰도가 대단히 우수하였다.

#### [실시예 31]

##### [면의 상압염색]

실시예 1의 디아조화합물 1부를 4000부의 물에 용해시켰다. 다음에 60부의 무수황산나트륨을 여기에 용해시켜서 약 30°C의 염욕을 제조하였다.

면으로 구성된 200부의 편직 저지섬유를 상기 염욕에 넣었다. 약 40분 동안에 온도를 90°C까지 상승시켰고 이 염욕을 이 온도에서 30분간 유지시켰다. 염색된 저지를 시판의 폴리아민 고착제로 처리하고 고온의 물로 세척하고 다음에 상온의 물로 세척한 다음 건조시켰다. 선명한 황색으로 염색된 편직 면저지가 얻어졌고, 그의 견뢰도는 매우 양호하였다. 염색후, 상기 처리에 있어서, 폴리아민 고착제 대신에 시판의 동-함유 폴리아민 고착제를 사용했을 때 녹황색으로 균일하게 염색된 편직 면저지가 얻어졌으며, 그의 견뢰도는 대단히 우수하였다.

#### [실시예 32]

##### [면의 상압염색]

실시예 1의 디아조화합물 대신에 실시예 18의 동착염 디아조화합물 1부를 사용하는 것을 제외하고는 실시예 31의 과정을 반복하였다.

균일하게 황색으로 염색된 편직 면저지가 얻어졌으며 그의 견뢰도는 대단히 우수하였다.

#### [실시예 33]

##### [면의 고온산성염색]

실시예 31과 동일한 방법으로 실시예 1의 디아조화합물 1부를 사용하여 염욕을 제조하였다. 또한 여기에 빙초산을 가하여 pH 4.5를 갖는 염욕을 제조하였다. 200부의 편직 면저지를 염욕에 넣었다. 온도를 약 50분간에 걸쳐서 130°C까지 상승시켰고, 이 염욕을 30분간 상기 온도에 유지시켰다. (밀폐 염색용기를 사용하였다.)

선명한 황색으로 염색된 편직 면저지가 얻어졌다. 그 결과는 면과 폴리에스테르섬유의 혼방직물을 염색시키기 위한 고온산성염색의 조건하에서 염색 부족성, 분해 등의 문제점을 우발시키지 않고 실시예 31과 동일하게 양호하였다.

#### [실시예 34]

##### [면의 고온산성염색]

실시예 1의 디아조화합물 대신에 실시예 18의 동착염 디아조화합물 1부를 사용하는 것을 제외하고는 실시예 33의 과정을 반복하였다.

황색으로 균일하게 염색된 편직 면저지가 얻어졌다. 그 결과는 고온산성염색 내에서 염색부족성, 분해등의 문제점을 야기시키지 않고 실시예 32와 동일하게 양호하였다.

#### [실시예 35]

##### [폴리에스테르/면 혼방직물의 일-염욕 고온염색]

실시예 18의 동염 0.5부와, 카이알론 폴리에스테르 라이트 엘로우 5 G-S(분산염료, Nippon Kayaku Co., Ltd. 제품) 0.4부와, 카이알론 폴리에스테르 루빈 3GL-S 0.01부와, 무수황산 나트륨 60부와, 아세트산나트륨 0.3 수화물 6.4부와, 아세트산 4.2부와 물 4000부로부터 pH 4.5인 염욕을 제조하였다.

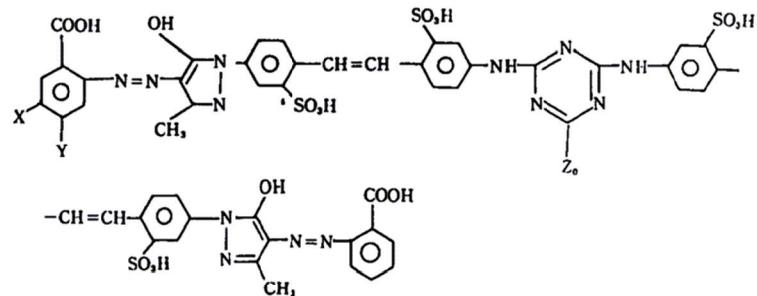
이 염록을 50°C까지 가열하고 200부의 폴리에스테르/면(50/50) 훈방직물을 염록에 넣었다. 약 40분간에 걸쳐서 온도를 130°C까지 상승시켰다. 이 온도에서 45분간 염색을 수행한 다음 온도를 15분간에 걸쳐서 90°C까지 하강시키고, 이 염록을 15분간 유지시켰다.

염색된 직물을 물로 세척하고 폴리아민 고착제로 처리하고 비누처리를 한 다음 고온의 물로 세척하고 다음에 상온의 물로 세척한 다음 건조시켰다. 황색으로 균일하게 염색된 폴리에스테르/면 훈방직물을 얻었으며, 견뢰도는 대단히 양호하였다.

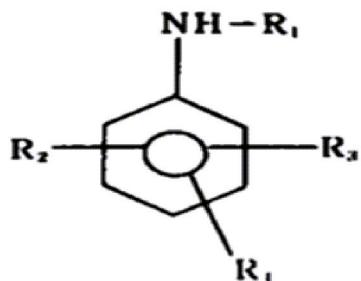
### (57) 청구의 범위

#### 청구항 1

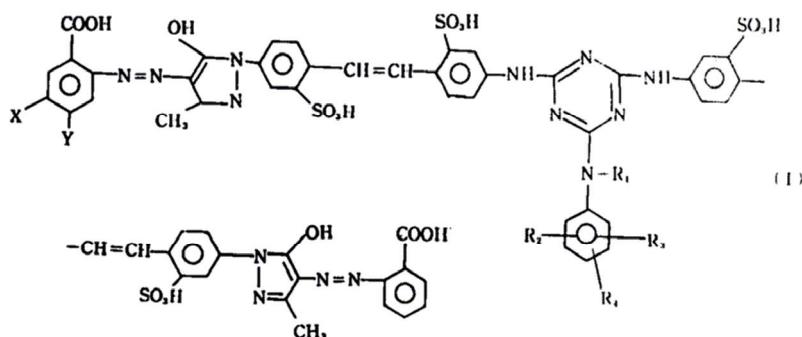
일반식



으로 표시되는 유리산 형태의 화합물을 일반식



으로 표시되는 화합물과 함께 축합시켜 이루어지는 것을 특징으로 하는, 다음 일반식(I)의 화합물을 제조하는 방법.



상기 식들에서 X와 Y중의 하나는 수소이고 나머지 하나는 SO<sub>3</sub>H이며, R<sub>1</sub>은 수소, 메틸 또는 에틸이고, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> 및 R<sub>4</sub>는 각각 수소, 메틸, 에틸, 메톡시, 에톡시, 아세틸아미노, 벤조일아미노 또는 염소이며, Z<sub>0</sub>는 염소, 브롬 또는 플루오르이다.

#### 청구항 2

일반식(I)인 화합물과 수용성 동-착화제를 동착화 반응시켜 이루어지는 것을 특징으로 하는, 일반식(I)인 화합물의 동-착염을 제조하는 방법.