



Patentgesuch für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ AUSLEGESCHRIFT A3

⑪

633 145 G

②1 Gesuchsnummer: 13946/77

⑦1 Patentbewerber:
Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen (DE)

②2 Anmeldungsdatum: 15.11.1977

⑦2 Erfinder:
Dr. Wolfgang Harms, Leverkusen (DE)
Dr. Klaus Wunderlich, Leverkusen (DE)
Dr. Klaus von Oertzen, Köln 80 (DE)

③0 Priorität(en): 16.11.1976 DE 2652119

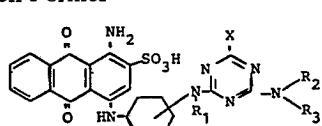
⑦4 Vertreter:
E. Blum & Co., Zürich

④2 Gesuch
bekanntgemacht: 30.11.1982

⑤6 Recherchenbericht siehe Rückseite

⑤4 Verfahren zur Herstellung von neuen Anthrachinon-Reaktivfarbstoffen sowie deren Verwendung zum
Bedrucken von Fasermaterialien.

⑤7 Es werden neue Anthrachinon-Reaktivfarbstoffe der
folgenden Formel



hergestellt, worin die Substituenten in Anspruch 1 definiert sind. Diese Farbstoffe werden erhalten, indem man entweder entsprechende Aminocyclohexylamino-anthrachinonverbindungen mit Dihalogentriazinylaminoverbindungen kondensiert oder indem man ein aromatisches Amin mit einem Halogentriazin umsetzt und dann das Reaktionsprodukt mit einer entsprechenden Anthrachinonverbindung behandelt. Ein weiteres Verfahren beruht auf der direkten Umsetzung von Produkten, die aus der Kondensation von Aminohexylaminoanthrachinonverbindungen mit Trihalogentriazinen erhalten wurden, mit den genannten Arylaminoverbindungen.

Die neuen Anthrachinon-Reaktivfarbstoffe werden zum Bedrucken hydroxylgruppenhaltiger und amidgruppenhaltiger Fasermaterialien, insbesondere native und regenerierte Cellulose, Wolle, Seide, synthetische Polyamid- und Polyurethanfasern verwendet und man erhält licht- und nassechte brillante blaue Färbungen und Drucke.

633 145 G



Eidgenössisches Amt für geistiges Eigentum
 Bureau fédéral de la propriété intellectuelle
 Ufficio federale della proprietà intellettuale

RAPPORT DE RECHERCHE

RECHERCHENBERICHT

Demande de brevet No.:
Patentgesuch Nr.:

CH 13 946/77

I.I.B. Nr.:
HO 13386

Documents considérés comme pertinents Einschlägige Dokumente

Catégorie Kategorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes. Kennzeichnung des Dokuments, mit Angabe, soweit erforderlich, der massgeblichen Teile	Revendications concernées Betrifft Anspruch Nr.
X	<p><u>FR - A - 1 220 877 (CIE. FRANCAISE DES MATIERES COLORANTES)</u></p> <p>* Seite 2, rechte Spalte, 2. Absatz; Beispiel 7 *</p> <p>---</p> <p><u>CH - A - 471 207 (BAYER)</u></p> <p>* Patentanspruch; Spalte 2, Zeilen 33-34; Spalte 5, Zeilen 66-67 *</p> <p>-----</p>	1, 2, 4, 5

Domaines techniques recherchés
Recherchierte Sachgebiete
(INT. CL. 2)

C 09 B 62/06
62/04
62/02
62/00

Catégorie des documents cités Kategorie der genannten Dokumente:

- X: particulièrement pertinent von besonderer Bedeutung
- A: arrière-plan technologique technologischer Hintergrund
- O: divulgation non-écrite nichtschriftliche Offenbarung
- P: document intercalaire Zwischenliteratur
- T: théorie ou principe à la base de l'invention der Erfahrung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze
- E: demande faisant interférence kollidierende Anmeldung
- L: document cité pour d'autres raisons aus andern Gründen angeführtes Dokument
- &: membre de la même famille, document correspondant Mitglied der gleichen Patentfamilie; übereinstimmendes Dokument

Etendue de la recherche/Umfang der Recherche

Revendications ayant fait l'objet de recherches **alle**
Recherchierte Patentansprüche:

Revendications n'ayant pas fait l'objet de recherches
Nicht recherchierte Patentansprüche:

Raison:
Grund:

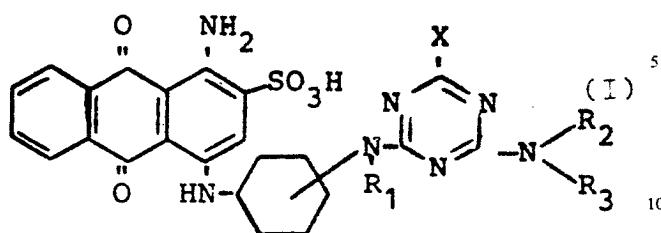
Date d'achèvement de la recherche/Abschlussdatum der Recherche

Examinateur I.I.B./I.I.B Prüfer

24.9.1979

PATENTANSPRÜCHE

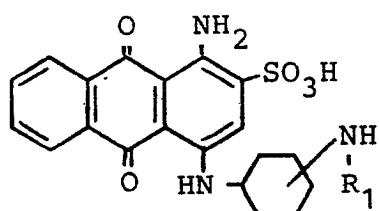
1. Verfahren zur Herstellung von Farbstoffen der Formel



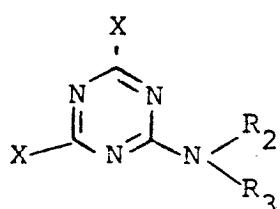
worin

 X F, Cl, Br R_1, R_2 H, gegebenenfalls substituiertes C_1-C_4 -Alkyl und R_3 gegebenenfalls substituiertes Phenyl oder Naphthyl bedeuten, wobei mindestens einer der Reste R_2 oder R_3 mindestens eine wasserlöslichmachende Gruppe aufweist, dadurch gekennzeichnet, dass man

a) Verbindungen der Formel

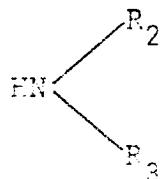


mit Halogentriazinen der Formel

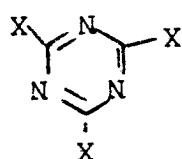


kondensiert, oder

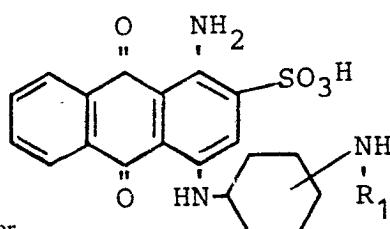
b) in wässrigem Medium 1 Mol eines aromatischen Amins der Formel



mit 1 Mol eines Triazins der Formel

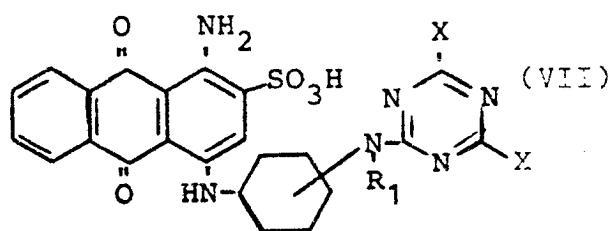


umsetzt und das erhaltene Kondensationsprodukt ohne Zwischenisolierung mit 1 Mol einer Anthrachinonverbindung der Formel

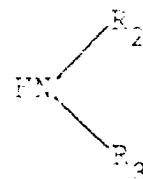


umsetzt, oder

c) Verbindungen der Formel



im Molverhältnis 1:1 mit Aminen der Formel

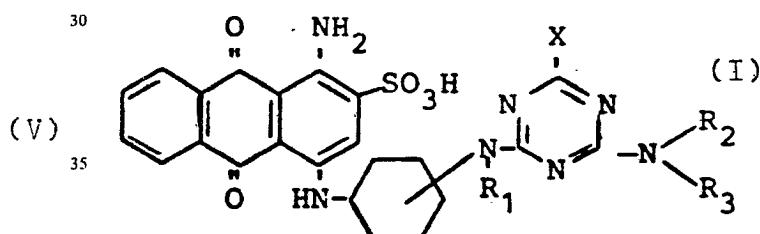


umsetzt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Variante a) in wässrigem oder wässrigorganischem Medium bei 0–60 °C und pH-Werten von 4–10 durchführt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass bei der Variante c) X für Fluor steht.

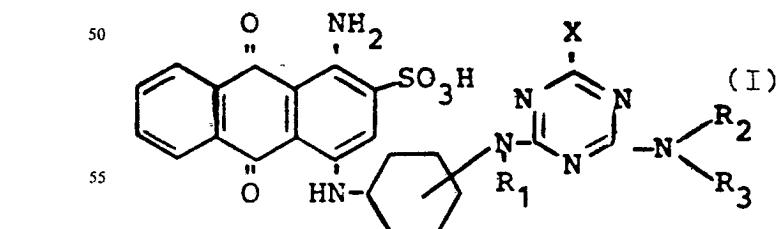
4. Verwendung der Farbstoffe der Formel



worin

 X F, Cl, Br R_1, R_2 H, gegebenenfalls substituiertes C_1-C_4 -Alkyl und R_3 gegebenenfalls substituiertes Phenyl oder Naphthyl, bedeuten, wobei mindestens einer der Reste R_2 oder R_3 mindestens eine wasserlöslichmachende Gruppe aufweist, zum Bedrucken hydroxylgruppenhaltiger und amidgruppenhaltiger Fasermaterialien.

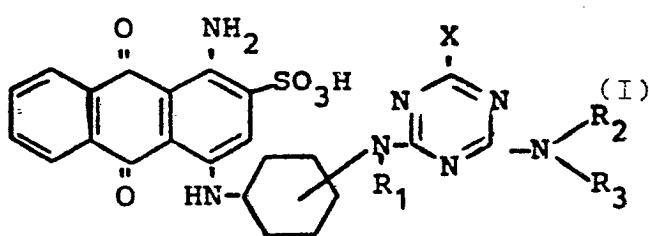
5. Mit den Farbstoffen der Formel



worin

 X F, Cl, Br R_1, R_2 H, gegebenenfalls substituiertes C_1-C_4 -Alkyl und R_3 gegebenenfalls substituiertes Phenyl oder Naphthyl bedeuten, wobei mindestens einer der Reste R_2 oder R_3 mindestens eine wasserlöslichmachende Gruppe aufweist, gemäß Anspruch 4 bedruckte hydroxylgruppenhaltige und amidgruppenhaltige Fasermaterialien.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von neuen Reaktivfarbstoffen der Formel



worin

X F, Cl, Br

R₁, R₂ H, gegebenenfalls substituiertes C₁-C₄-Alkyl

R₃ gegebenenfalls substituiertes Phenyl oder Naphthyl, wobei mindestens einer der Reste R₂ oder R₃ mindestens eine wasserlöslichmachende Gruppe aufweist.

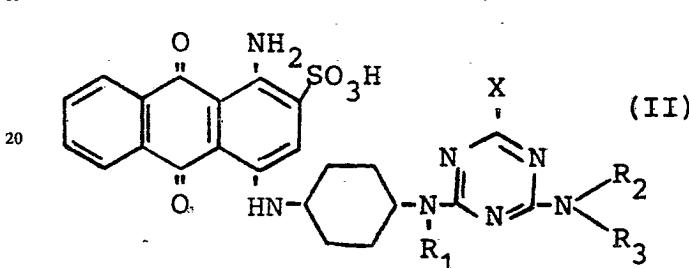
Geeignete Reste R₁ sind beispielsweise H, -CH₃, -C₂H₅, -CH₂CH₂OH und -CH₂CH₂OSO₃H.

Geeignete Reste R₂ sind beispielsweise H, -CH₃, -C₂H₅, -CH₂SO₃H, -CH₂COOH, -CH₂CH₂SO₃H, -CH₂CH₂-CH₂-COOH, -CH₂CH₂OH, -CH₂CH₂OSO₃H.

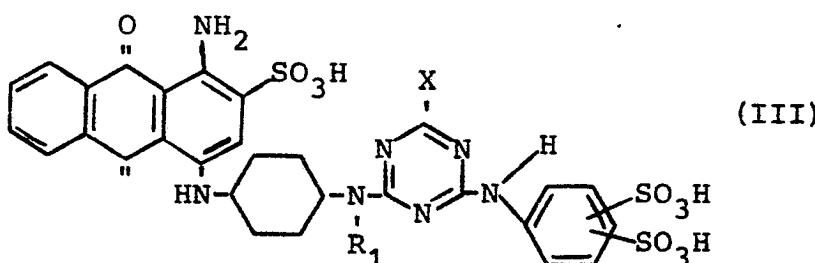
Geeignete Reste R₃ sind beispielsweise Phenyl, 2-, 3- oder 4-Sulfophenyl, 2,4-, 2,5- oder 3,5-Disulfophenyl, 2-, 3-

oder 4-Carboxyphenyl, 2-Carboxy-4- oder -5-sulfophenyl, 3-Carboxy-5-sulfophenyl, 2-Methyl-4,5-disulfophenyl, 4-Methyl-2- oder -3-sulfophenyl, 2-Methyl-4- oder -5-sulfophenyl, 2,6-Dimethyl-3- oder -4-sulfophenyl, 2,4-Dimethyl-6-sulfophenyl, 2-Chlor-4- oder -5-sulfophenyl, 3-Chlor-2-methyl-6-sulfophenyl, 4-Methoxy-2- oder -3-sulfophenyl, 2-Methoxy-5-sulfophenyl, 2-(β-Hydroxyäthoxy)-5-sulfophenyl, 4-(β-Hydroxyäthoxy)-2-sulfo- oder -3-sulfophenyl, 4-Sulfo-methylphenyl, 1,5-, 2,6-, 4,8-, 5,7- oder 6,8-Disulfo-2-naphthyl, 2,4-, 3,7-, 3,8-, 4,8-, 5,7- oder 6,8-Disulfo-1-naphthyl, 1,5,7- oder 3,6,8-Trisulfo-2-naphthyl und 3,5,7- oder 3,6,8-Trisulfo-1-naphthyl.

Bevorzugte erfindungsgemäss herstellbare Farbstoffe im Rahmen der Farbstoffe (I) sind solche der Formel



und solche der Formel



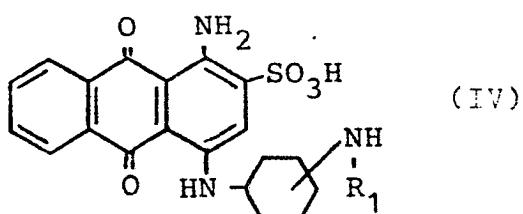
insbesondere solche der Formel II-III, worin X = F.

Die französische Patentschrift Nr. 1 220 877 bezieht sich auf ein Verfahren zur Fixierung und Metallisierung von Farbstoffen auf Fasern sowie auf neue Farbstoffe, die für dieses Verfahren geeignet sind. Die Komplexbildung mit Metallen nach erfolgter Fixierung ist ein zwingender Schritt. Dies hat mit den hier beschriebenen Farbstoffen der Formel I nichts zu tun. Die erfindungsgemässen Farbstoffe der Formel I sind nicht metallisierbar.

Die Hauptformel I in der Schweizer Patentschrift Nr. 471 207 schreibt zwingend eine Substitution des Anthraquinonanteils des Farbstoffmoleküls durch zwei SO₃H-Gruppen vor, die erfindungsgemässen Farbstoffe der Formel I haben definitionsgemäss jedoch nur eine SO₃H-Gruppe im Anthraquinonanteil des Farbstoffmoleküls.

Die neuen Farbstoffe werden erfindungsgemäss erhalten, indem man

a) Verbindungen der Formel



oder 4-Carboxyphenyl, 2-Carboxy-4- oder -5-sulfophenyl, 3-Carboxy-5-sulfophenyl, 2-Methyl-4,5-disulfophenyl, 4-Methyl-2- oder -3-sulfophenyl, 2-Methyl-4- oder -5-sulfophenyl, 2,6-Dimethyl-3- oder -4-sulfophenyl, 2,4-Dimethyl-6-sulfophenyl, 2-Chlor-4- oder -5-sulfophenyl, 3-Chlor-2-methyl-6-sulfophenyl, 4-Methoxy-2- oder -3-sulfophenyl, 2-Methoxy-5-sulfophenyl, 2-(β-Hydroxyäthoxy)-5-sulfophenyl, 4-(β-Hydroxyäthoxy)-2-sulfo- oder -3-sulfophenyl, 4-Sulfo-methylphenyl, 1,5-, 2,6-, 4,8-, 5,7- oder 6,8-Disulfo-2-naphthyl, 2,4-, 3,7-, 3,8-, 4,8-, 5,7- oder 6,8-Disulfo-1-naphthyl, 1,5,7- oder 3,6,8-Trisulfo-2-naphthyl und 3,5,7- oder 3,6,8-Trisulfo-1-naphthyl.

15

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

70

75

80

85

90

95

100

105

110

115

120

125

130

135

140

145

150

155

160

165

170

175

180

185

190

195

200

205

210

215

220

225

230

235

240

245

250

255

260

265

270

275

280

285

290

295

300

305

310

315

320

325

330

335

340

345

350

355

360

365

370

375

380

385

390

395

400

405

410

415

420

425

430

435

440

445

450

455

460

465

470

475

480

485

490

495

500

505

510

515

520

525

530

535

540

545

550

555

560

565

570

575

580

585

590

595

600

605

610

615

620

625

630

635

640

645

650

655

660

665

670

675

680

685

690

695

700

705

710

715

720

725

730

735

735

740

745

750

755

760

765

770

775

780

785

790

795

800

805

810

815

820

825

830

835

840

845

850

855

860

865

870

875

880

885

890

895

900

905

910

915

920

925

930

935

940

945

950

955

960

965

970

975

980

985

990

995

1000

1005

1010

1015

1020

1025

1030

1035

1040

1045

1050

1055

1060

1065

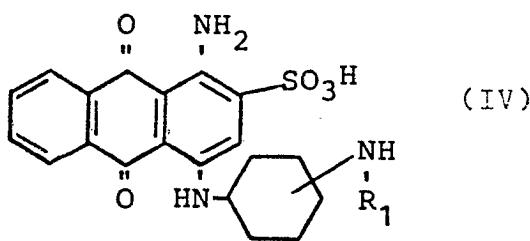
1070

1075

1080

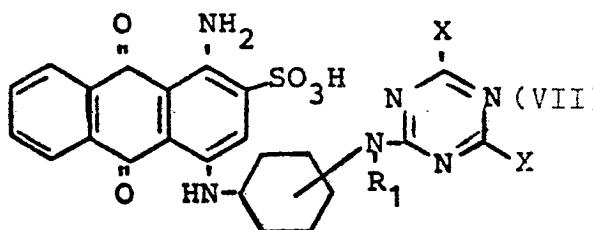
1085

umsetzt und das erhaltene Kondensationsprodukt ohne Zwischenisolierung mit 1 Mol einer Anthrachinonverbindung der Formel

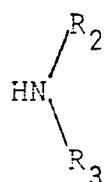


umsetzt, oder

c) Verbindungen der Formel



im Molverhältnis 1:1 mit Aminen der Formel



umgesetzt.

Für die Kondensation geeignete Verbindungen der Formel V sind beispielsweise 2,4-Difluor-6-(2', 3'- oder 4'-sulfophenylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(2', 4', 2', 5', 3', 4'- oder 3', 5'-disulfophenylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(1', 5', 2', 6', 4', 8', 5', 7'- oder 6', 8'-disolfo-2'-naphthylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(2', 4', 3', 7', 3', 8', 4', 8', 5', 7'- oder 6', 8'-disolfo-1'-naphthylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(1', 5', 7'- oder 3', 6', 8'-trisulfo-2'-naphthylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(3', 5', 7'-trisulfo-2'-naphthylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(2', 3'- oder 4'-carboxyphenylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(2'-carboxy-4'- oder -5'-sulfophenylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(3'-carboxy-5'-sulfophenylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(2'-methyl-4'- oder -5'-sulfophenylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(4'-methyl-2'- oder -3'-sulfophenylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(2'methyl-4', 5'-disulfophenylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(2'methyl-4', 5'-disulfophenylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(2', 6'-dimethyl-3'-sulfo- oder -2', 4'-dimethyl-6'-sulfophenylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(4'-methoxy-2'-sulfo- oder -4'-methoxy-3'-sulfo- oder -2'-methoxy-5'-sulfophenylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(2'-β-hydroxyäthoxy-5'-sulfo- oder 4'-β-hydroxyäthoxy-2'-sulfo- oder -4'-β-hydroxyäthoxy-3'-sulfophenylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(2', 3'- oder 4'-sulfophenyl-methylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(2'-carboxy-5'-sulfo-phenyl-methylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-(3'- oder 4'-sulfomethylphenylamino)-triazin, 2,4-Difluor-6-[N-(sulfo-methyl)-phenylamino]-triazin, 2,4-Difluor-6-[3'-sulfo-N-(carboxymethyl)-phenylamino]-triazin sowie die analogen 2,4-Dichlor- oder 2,4-Dibrom-6-arylamino-triazine.

Die Umsetzung der Aminocyclohexylaminoanthrachinonverbindungen (IV) mit den Dihalogentriazinylarylaminooverbindungen (V) wird vorzugsweise in wässrigem oder organisch-wässrigem Medium bei Temperaturen von

5

– 10 °C bis 80 °C, vorzugsweise bei 0–50 °C, und bei pH-Werten von 5–10, vorzugsweise 6,0–9,0, in Gegenwart alkalischer Kondensationsmittel, wie wässrigen Alkalihydroxid-, Alkalicarbonat- oder Alkaliphosphatlösungen, durchgeführt.

Die Herstellung der 2,4-Dihalogen-6-arylaminooverbindungen (V) kann zum Beispiel durch Kondensation von 2,4,6-Trihalogen-triazinen mit Arylaminen der Formel



15

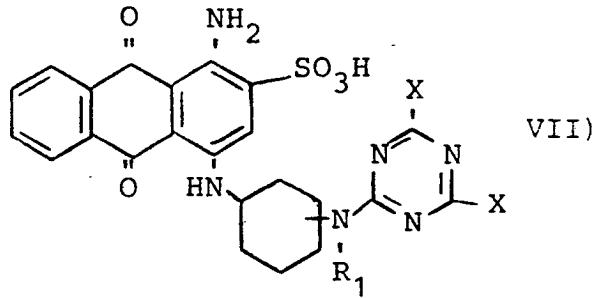
wobei

R₂ und R₃ die oben angegebene Bedeutung haben, in wässrigem, wässrig-organischem oder organischem Medium in Gegenwart basischer Kondensationsmittel, wie z. B. wässriger Alkalihydroxid-, Alkalicarbonat-, Alkalihydrogen-carbonat-, Alkaliphosphatlösungen oder N,N-Dialkylanilinen oder Trialkylaminen, erfolgen.

Weiterhin können die Difuortriazinylarylamino-
25 verbindungen (V) nach den in der Deutschen Offenlegungs-schrift 1 644 616 angegebenen Methoden gewonnen werden.

Eine besonders bevorzugte und zweckmässige Methode besteht darin, die durch Kondensation von 2,4,6-Trihalogen-triazinen mit Arylaminen erhaltenen Lösungen der Reaktivkomponenten (V) ohne Zwischenisolierung direkt 30 mit den Aminocyclohexylaminoanthrachinonverbindungen (IV) umzusetzen.

Nach einer anderen Herstellungsweise kann man die neuen Reaktivfarbstoffe (I) auch dadurch herstellen, dass man die Aminocyclohexylaminoanthrachinonverbindungen 35 (IV) in wässrigem bzw. wässrig-organischem oder organischem Medium mit 2,4,6-Trihalogen-triazinen zu Zwischenprodukten der Formel



50

worin

R₁ die oben angegebene Bedeutung hat, umsetzt und diese reaktiven Farbstoffzwischenprodukte in einem zweiten Reaktionsschritt mit den Arylaminoverbindungen (VI) kondensiert.

Die neuen Farbstoffe sind äusserst wertvolle Produkte, die sich für verschiedenste Anwendungszwecke eignen. Als wasserlösliche Verbindungen finden sie bevorzugtes Interesse für das Färben hydroxylgruppenhaltiger und stickstoffhal-tiger Textilmaterialien, insbesondere von Textilmaterialien aus nativer und regenerierter Cellulose, ferner aus Wolle, Seide, synthetischen Polyamid- und Polyurethanfasern.

Die genannten Materialien werden gewöhnlich nach den für Reaktivfarbstoffe üblichen Verfahren gefärbt oder bedruckt. Man erhält licht- und nassechte brillante blaue Fär-bungen und Drucke.

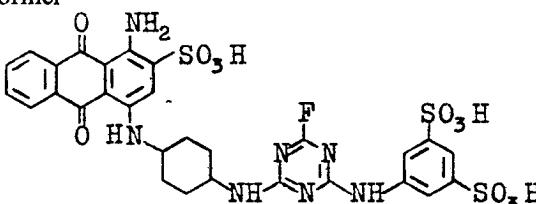
Bei Temperaturangaben in den Beispielen handelt es sich um °C. Die Formeln der Farbstoffe in der Beschreibung und

den Beispielen sind die der freien Säuren. Die Farbstoffe werden im allgemeinen in Form ihrer Alkalosalze, insbesondere der Natrium- oder Kaliumsalze isoliert und angewandt.

Beispiel 1

A. 11,4 g 5-Aminobenzol-1,3-disulfonsäure werden in 500 ml Wasser durch Zugabe von 2n Sodalösung bis zum pH-Wert von 4 gelöst. Man lässt bei 0–5 °C in 5 Minuten 7,0 g 2,4,6-Trifluortriazin zutropfen und hält durch weitere Zugabe von Sodalösung den pH-Wert auf 3,5–4,0. 10 Minuten nach dem Eintropfen des Cyanurfluorids ist die Kondensation beendet, was sich durch Stillstand des Sodaeverbrauches zu erkennen gibt.

B. 13,4 g 1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthrachinon-2-sulfonsäure werden unter Zusatz von 44 ml 2n Natronlauge in 300 ml Wasser durch Erwärmen auf 65–70 °C gelöst. Man kühlt die Lösung auf 0–5 °C ab und fällt den Farbkörper durch Herunterstellen des pH-Wertes auf 8,5 mit 6,5 ml konz. Salzsäure als feinteilige Suspension aus. Nun lässt man die Lösung des Kondensationsproduktes A in etwa 15 Minuten zulaufen und hält bei 0–5 °C den pH-Wert im Reaktionsgemisch mit 2n Natronlauge auf 8,2–8,5. Nach 2 Stunden ist diese zweite Kondensationsstufe beendet und eine klare Lösung entstanden. Den erhaltenen Farbstoff der Formel



salzt man bei 20 °C mit 200 g Kaliumchlorid aus, saugt ihn ab und wäscht ihn mit 20%iger Kaliumchloridlösung. Nach dem Trocknen bei 50 °C im Vakuum erhält man 31 g Farbstoff.

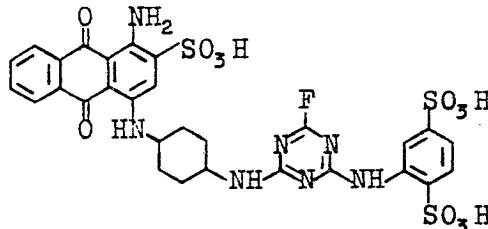
C. 50 g Baumwollstrang werden in 1 Liter Färbeflotte, die 1,5 g obigen Farbstoffes enthält, gefärbt, indem man innerhalb 30 Minuten auf 40 °C heizt, 50 g Kochsalz in mehreren Anteilen zugibt, anschliessend 20 g Soda zufügt und 60 Minuten bei dieser Temperatur behandelt. Nach dem Spülen, kochenden Seifen und Trocknen erhält man eine sehr brillante blaue Färbung von ausgezeichneter Licht- und Nassechtheit.

Beispiel 2

A. 24,0 g 2-Aminobenzol-1,4-disulfonsäure werden in 200 ml Wasser bei 0–5 °C durch Zugabe von etwa 65 ml 2n Soda bis zum pH-Wert von 4,5 gelöst. Die Lösung wird innerhalb 10 Minuten tropfenweise mit 14,5 g 2,4,6-Trifluortriazin versetzt und der pH-Wert mit 2n Sodalösung auf 4,2–4,5 gehalten. 10 Minuten nach Eintropfen ist die Kondensation beendet, es sind etwa 76 ml 2n Sodalösung verbraucht.

B. 28,3 g 1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthrachinon-2-sulfonsäure werden mit 45 ml 4n Natronlauge in 600 ml Wasser durch Erwärmen auf 65 °C gelöst. Nach Abkühlen der Lösung auf 0–5 °C fällt man den Farbkörper durch Herunterstellen des pH-Wertes auf 8,5–9,0 mittels 13 ml konz. Salzsäure in feinteiliger Form aus und lässt jetzt sofort die unter A hergestellte Lösung des 2-(2',4'-difluor-triazinylamino)-benzol-1,4-disulfonsäuren Natriums in ca. 20 Minuten bei 0–5 °C zulaufen. Der pH-Wert wird durch Zutropfen von 2n Natronlauge weiter auf 8,2–8,5 gehalten. Man führt die Kondensation durch zweistündiges Nachröhren bei 0–5 °C zu Ende und lässt dann die entstandene Farbstofflösung in eine auf 40 °C erwärmte Mischung von 300 ml gesättigter Kaliumchloridlösung und 300 g Ka-

liumchlorid einlaufen. Der ausgefällte Farbstoff, welcher der Formel



entspricht, wird abgesaugt und mit 20%iger Kaliumchloridlösung gewaschen. Nach Trocknung im Vakuum bei 50 °C erhält man 72,5 g eines Farbstoffes, der Baumwolle nach dem im Beispiel 1 C beschriebenen Verfahren in sehr brillantem Blauton von hoher Lichtecheinheit und ausgezeichneten Nassechtheiten färbt.

C. Man kann die Färbung von Cellulosematerialien auch auf folgende Weise ausführen:

100 g Baumwollgewebe werden bei Raumtemperatur mit einer wässrigen Lösung, die 3% des Farbstoffes, 15 g/Liter Natriumhydrogencarbonat und 150 g/Liter Harnstoff enthält, foulardiert, zwischengetrocknet, 2 Minuten auf 140 °C erhitzt, danach gespült und kochend geseift. Das Gewebe wird in äusserst brillanten, sehr licht- und nassechten Blautönen gefärbt.

Anstatt das zwischengetrocknete Gewebe auf 140 °C zu erhitzen, kann man es auch bei 105 °C 2 Minuten dämpfen, um ähnliche Färbungen zu erhalten.

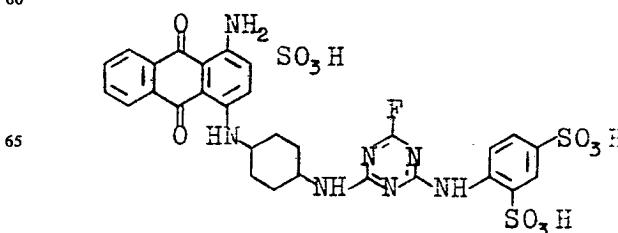
D. Eine weitere Variante zur Färbung von Cellulosematerialien besteht in folgendem Verfahren:

100 g Baumwollgewebe werden bei Raumtemperatur mit einer wässrigen Lösung, die 30 g/Liter Farbstoff und 20 g/Liter Soda enthält, auf einem Foulard so geklotzt, dass die Flottenaufnahme des Gewebes 80% seines Trockengewichtes beträgt. Man rollt das Gewebe auf und bewahrt es 24 Stunden bei 25 °C so auf, dass keine Feuchtigkeit entweichen kann. Anschliessend wird das Gewebe gespült, kochend geseift und getrocknet. Man erhält ebenfalls eine sehr brillante, licht- und nassechte Blaufärbung.

Beispiel 3

A. 11,4 g 4-Aminobenzol-1,3-disulfonsäure werden in 300 ml Wasser bei pH 3,5 gelöst. Nach Abkühlung auf 0–5 °C lässt man in 5 Minuten 7,0 g 2,4,6-Trifluortriazin zutropfen und hält den pH-Wert durch Zugabe von 1n Di-natriumhydrogenphosphatlösung auf 3,5–4,0. Einige Minuten nach Zusammengießen der Komponenten ist die Kondensation beendet.

B. 13,4 g 1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthraquinon-2-sulfonsäure werden in der in Beispiel 1 A beschriebenen Weise in 300 ml Wasser gelöst und bei 0–5 °C ausgefällt. Man lässt nun die obige Lösung von 4-(2',4'-difluor-triazinylamino)-benzol-1,3-disulfonsäure bzw. deren Natriumsalz in 15 Minuten zulaufen, hält währenddessen die Temperatur weiter auf 0–5 °C und den pH-Wert mittels 2n Natronlauge auf 7,7–8,2. Nach beendetem Umsetzung (dünnschichtchromatographische Kontrolle) wird die Farbstofflösung auf 20 °C erwärmt und der Farbstoff der Formel



durch Zusatz von 230 g Kaliumchlorid ausgesalzen. Man saugt ihn ab, wäscht mit 15%iger Kaliumchloridlösung und erhält nach dem Trocknen bei 50 °C im Vakuum 33 g eines blauen Pulvers.

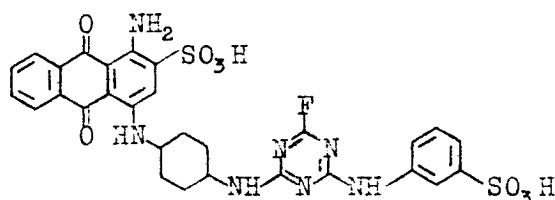
C. Man bedruckt Cellulosegewebe mit einer Druckpaste, die im Kilogramm 40 g des obigen Farbstoffes, 100 g Harnstoff, 300 ml Wasser, 500 g Alginatverdickung sowie 20 g Soda enthält und die mit Wasser auf 1 Kilogramm aufgefüllt wurde, trocknet, dämpft 1 Minute bei 105 °C, spült mit heißem Wasser und seift anschliessend kochend, spült und trocknet. Auf diese Weise wird ein brillanter blauer Druck von sehr guter Nass- und Lichtechnik erhalten.

Beispiel 4

A. 7,9 g 3-Aminobenzolsulfonsäure werden bei pH 4,0 in 300 Teilen Wasser gelöst. Man lässt bei 0–5 °C 6,8 g 2,4,6-Trifluortriazin in 5 Minuten zutropfen und hält den pH-Wert mit 2n Sodalösung auf 3,5. Nach 5–10 Minutenlangem Nachröhren ist die Kondensation abgeschlossen.

B. 13,4 g 1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthra-chinon-2-sulfonsäure werden in 600 ml Wasser und 44 ml 2n Natronlauge bei 65 °C gelöst, die Lösung auf 20 °C abgekühlt und mit Salzsäure auf pH 8,5 gestellt. Zur entstandenen Suspension lässt man bei 20 °C die Lösung des obigen Kondensationsproduktes A zulaufen und hält mit 2n Na-tronlauge den pH-Wert auf 8,0–8,5.

Man röhrt unter Aufrechterhaltung des pH-Wertes etwa 2 Stunden nach und salzt dann den erhaltenen Farbstoff der Formel



durch Zusatz von 140 g Kaliumchlorid aus. Nach Absaugen, Waschen mit 10%iger Kaliumchloridlösung und Trocknung bei 50 °C im Vakuum werden 31 g Farbstoff erhalten, der Baumwolle nach dem im Beispiel 1 C beschriebenen Verfahren in sehr brillanten Blautönen von ausgezeichneter Licht- und Nassechtheit färbt.

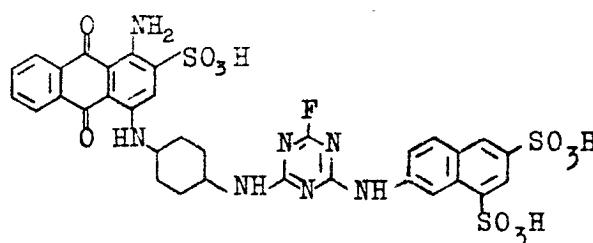
Beispiel 5

A. 6,9 g 7-Aminonaphthalin-1,3-disulfonsäure werden in 150 ml Wasser mit Soda bei pH 3,5 gelöst und nach Abkühlen der Lösung auf 0–5 °C in 5 Minuten tropfenweise mit 3,5 g 2,4,6-Trifluortriazin versetzt. Gleichzeitig hält man den pH-Wert mit 1n Sodalösung auf 3,2–3,5.

5 Minuten nach Eintropfen des Cyanofluorids ist die Umsetzung beendet.

B. 6,7 g 1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthra-chinon-2-sulfonsäure werden in 180 ml Wasser und 44 ml 1n Natronlauge bei 65 °C gelöst. Man kühlte die Lösung auf 20 °C ab und stellt auf Salzsäure einen pH-Wert von 8,5 ein.

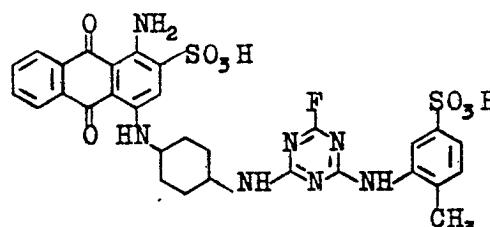
Zu der Suspension der Anthraquinonverbindung lässt man die Lösung des unter A hergestellten Kondensationsproduktes innerhalb von 10 Minuten zulaufen und hält im Reaktionsgemisch mit 1n Natronlauge den pH-Wert auf 8,0–8,5. Nach etwa zweistündigem Nachröhren ist die Kondensation zum Reaktivfarbstoff beendet. Aus der entstandenen Lösung salzt man den Farbstoff der Formel



mit 80 g Natriumchlorid aus, wäscht ihn nach Absaugen mit 15%iger Natriumchloridlösung und erhält nach dem Trocknen bei 50 °C im Vakuum 18 g eines Farbstoffes, der Baumwolle nach dem in Beispiel 2 C beschriebenen Färbeverfahren in sehr brillanten nassechten Blautönen färbt.

Beispiel 6

Setzt man anstelle der 7,9 g 3-Aminobenzolsulfonsäure des Beispiels 4 hier 8,7 g 2-Amino-toluol-4-sulfonsäure ein und verfährt im übrigen wie dort beschrieben, so erhält man 30,6 g eines salzhaltigen Farbstoffes der Formel



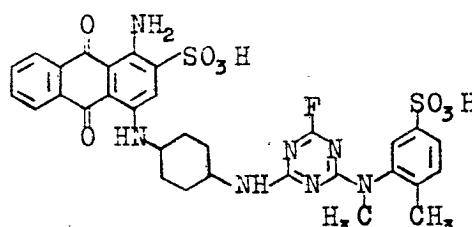
welcher in seinen coloristischen Eigenschaften dem Farbstoff des Beispiels 4 sehr ähnlich ist.

Beispiel 7

A. 7,9 g 2-Aminobenzolsulfonsäure werden in 200 ml Wasser bei 0–5 °C und pH 3,5–4,0 mit 6,8 g 2,4,6-Trifluortriazin kondensiert.

B. 13,4 g Hydroparabromsäure werden in 300 ml Wasser mit 44 ml 2n Natronlauge bei 65 °C gelöst und nach Abkühlen auf 20 °C durch Herunterstellen des pH-Wertes auf 8,5 in feinteiliger Form ausgefällt. Zu der Suspension gibt man die Difluortriazinylaminobenzolsulfonsäurelösung A hinzu und hält mittels 2N Natronlauge den pH-Wert auf 8,0–8,5.

Nach etwa 2 Stunden ist die Umsetzung des Anthraquinonproduktes mit der Reaktivkomponente abgeschlossen. Man lässt nun die erhaltene Farbstofflösung bei 40 °C in eine Mischung von 200 ml gesättigter Kaliumchloridlösung und 200 g Kaliumchlorid einlaufen. Man saugt den ausgefällten Farbstoff ab, wäscht ihn mit 15%iger Kaliumchloridlösung und trocknet ihn im Vakuum bei 50 °C. Man erhält ca. 36 g eines salzhaltigen Farbstoffes, welcher der Formel



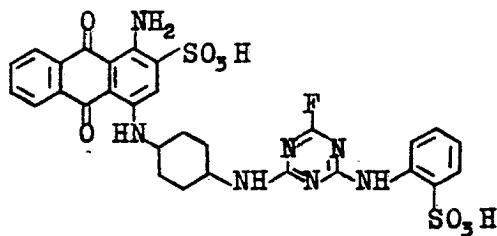
entspricht und Baumwolle nach dem in Beispiel 1 C beschriebenen Färbeverfahren in brillanten lichtechten Blautönen färbt.

Beispiel 8

A. 9,2 g 2-Methylaminotoluol-4-sulfonsäure werden in 150 ml Wasser bei pH 3,5 gelöst. Man lässt zu der Lösung

bei 0–5 °C 6,8 g 2,4,6-Trifluortriazin in 5 Minuten zutropfen und hält dabei den pH-Wert mit 1n Dinatriumhydrogenphosphatlösung auf 3,5. 10 Minuten später ist die Kondensation beendet.

B. 13,4 g 1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthra-chinon-2-sulfonsäure werden in 300 ml Wasser in der in Beispiel 7 beschriebenen Weise gelöst und bei 0–5 °C in feinteiliger Form wieder ausgefällt. Anschliessend lässt man die Lösung der unter A hergestellten Reaktivkomponente in 5 Minuten zulaufen und hält im Reaktionsgemisch mit 1n Natronlauge den pH-Wert auf 8,0–8,3. Wenn der Natronlaugeverbrauch praktisch zum Stillstand gekommen ist (dünnschichtchromatographische Kontrolle des Reaktionsverlaufes), lässt man die erhaltene Farbstofflösung bei 20 °C zu einer Mischung von 200 ml gesättigter Kaliumchloridlösung und 200 g Kaliumchlorid zulaufen und röhrt die Farbstoffsuspension 2 Stunden nach. Nach dem Absaugen und Waschen des Filterkuchens mit 15%iger Kaliumchloridlösung sowie Trocknen des Produktes bei 40 °C im Vakuum erhält man etwa 29 g salzhaltigen Farbstoff, welcher der Formel



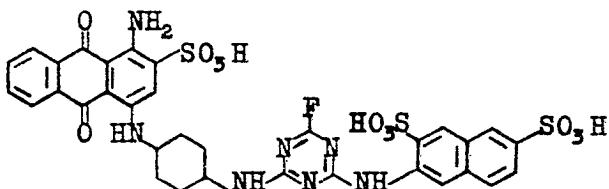
entspricht und Baumwolle nach den oben beschriebenen Färbe-techniken in sehr brillanten, lichtechten Blautönen färbt.

Beispiel 9

A. 8,7 g 7-Aminonaphthalin-1,3,6-trisulfonsäure werden in 150 ml Wasser mittels Soda bei pH 4,0 gelöst. Man kühlt auf 0–5 °C ab und lässt in 5 Minuten 3,3 g 2,4,6-Trifluortriazin zutropfen. Dabei wird der pH-Wert durch gleichzeitige Zugabe von 1n Sodalösung auf 4,0–4,5 gehalten und die Umsetzung durch kurzes Nachröhren in wenigen Minuten zu Ende geführt.

B. 6,7 g 1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthra-chinon-2-sulfonsäure werden mit 44 ml 1n Natronlauge in 200 ml Wasser bei 65 °C gelöst. Man kühlt auf 0–5 °C ab und fällt die Anthrachinonverbindung durch Einstellen eines pH-Wertes von 8,5 in feinteiliger Form aus. Anschliessend wird die Lösung der Difluortriazinylaminonaphthalintri-sulfonsäure in 5–10 Minuten zu der Farbstoffsuspension zuge-tropft und der pH-Wert mit 1n Natronlauge auf 8,2–8,5 gehalten. Man lässt nun die Temperatur im Laufe von 2 Stunden auf 20 °C steigen, wonach die Kondensation beendet ist.

Man stellt den pH-Wert mittels Salzsäure auf 7,5. Die erhaltene Lösung des Farbstoffes der Formel



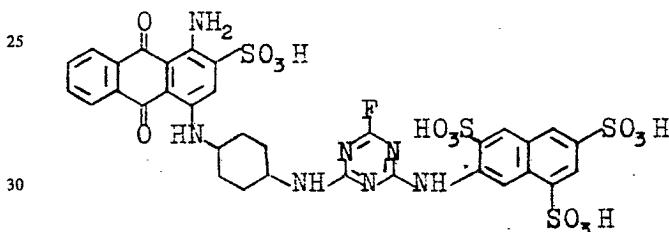
wird in 200 ml gesättigte Kaliumchloridlösung eingetropft. Im Gleichmass mit dem Eintropfen werden 175 g Kaliumchlorid zu der anfallenden Farbstoffsuspension zugesetzt. Man saugt den ausgefallenen Farbstoff ab, wäscht ihn mit 20%iger Kaliumchloridlösung und trocknet ihn bei 50 °C im Vakuum. Man erhält etwa 16 g eines salzhaltigen Farbstof-

fes, der auf Baumwolle im Druckverfahren des Beispiele 3 C brillante naschreie Drucke ergibt.

Beispiel 10

5 A. 6,8 g 3-Aminonaphthalin-2,7-disulfonsäure werden bei pH 4,5 in 150 ml Wasser gelöst und die Lösung auf 0–5 °C abgekühlt. Bei dieser Temperatur lässt man 3,4 g 2,4,6-Trifluortriazin innerhalb von 5 Minuten zutropfen und hält den pH-Wert mit 1n Sodalösung auf 4,0–4,3. 10 Minuten nach dem Eintropfen ist die Umsetzung zu Ende gekommen, was sich durch einen Stillstand des Sodaverbrauches anzeigt.

B. 6,7 g 1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthra-chinon-2-sulfonsäure werden in 200 ml Wasser und 22 ml 2n Natronlauge bei 65 °C gelöst. Man kühlt auf 20 °C ab, setzt zu der Lösung 70 ml Aceton und stellt den pH-Wert mit Salzsäure auf 9,5. Nun wird die Lösung obiger Reaktivkomponente A zu der Lösung der Anthrachinonverbindung in etwa 5 Minuten zuge-tropft und in dem Reaktionsgemisch 20 ein pH-Wert von 8,0–8,5 mittels 1n Natronlauge gehalten. Nach etwa 1 Stunde ist die Umsetzung beendet. Nach Zutropfen von 300 ml gesättigter Kaliumchloridlösung wird der erhaltene Farbstoff der Formel



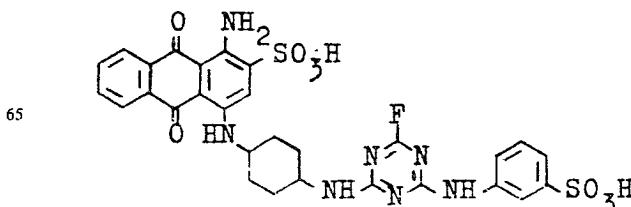
abgesaugt und mit 300 ml 10%iger Kaliumchloridlösung ge-waschen. Nach Vakuumtrocknung bei 50 °C erhält man 35 etwa 14,8 g salzhaltigen Farbstoff, der Baumwolle nach den bekannten Färbeverfahren in nass- und lichtechten Brillantblautönen färbt.

Beispiel 11

A. 7,1 g 1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthra-chinon-2-sulfonsäure werden in 120 ml Wasser und 10 ml 4n Natronlauge bei 70 °C gelöst. Man kühlt die Lösung ab, setzt bei 20 °C 120 ml Aceton hinzu und stellt nun eine Tem-peratur von 0–5 °C und mittels 7,5 ml konz. Salzsäure einen pH-Wert von 7,5 ein.

45 Innerhalb von 5 Minuten werden zur Lösung der Anthrachinonkomponente 3,5 g 2,4,6-Trifluortriazin zuge-tropft und der pH-Wert der Lösung mit 1n NaOH auf 6,5–7,0 gehalten. 10 Minuten nach Eintropfen ist die Kon-densation beendet.

B. Man lässt nun zu der Lösung des Zwischenproduktes 50 eine neutralisierte Lösung von 3,7 g 3-Amino-benzolsulfon-säure zulaufen und hält den pH-Wert weiter auf 6,5–7,0. Man lässt die Temperatur im Laufe von 2 Stunden auf 20 °C steigen und erhitzt anschliessend unter Einhaltung obigen 55 pH-Wertes noch 4 Stunden auf 40 °C. Die Farbstofflösung wird nun mit 350 ml gesättigter Kaliumchloridlösung ver-setzt, der ausgefallte Farbstoff abgesaugt und mit 15%iger Kaliumchloridlösung gewaschen. Nach Trocknung bei 40 °C im Vakuum erhält man ein Produkt, welches den Farbstoff 60 der Formel



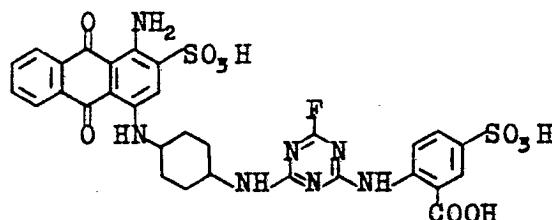
enthält und Cellulosefasern nach den oben beschriebenen Färbeverfahren in brillanten Blautönen färbt.

C. Einen ähnlichen Farbstoff erhält man, wenn man anstelle der unter A. genannten 4'-Aminoverbindung 13,4 g 1-Amino-4-(2'-amino-cyclohexylamino)-anthrachinon-2-sulfonsäure einsetzt.

Beispiel 12

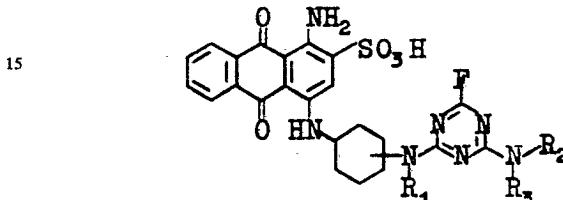
A. 9,6 g 2-Amino-5-sulfobenzoesäure werden in 200 ml Wasser bei pH 5 gelöst. Durch Zutropfen von 6,8 g Cyanurfluorid bei 0–5 °C und Einstellen des pH-Wertes von 4,4–4,6 mit 2n Sodalösung wird eine Kondensation zur weiter umsetzbaren Difluortriazinylamino-sulfobenzoesäure durchgeführt.

B. 13,4 g 1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthrachinon-2-sulfonsäure werden in 300 ml Wasser und 44 ml 2n Natronlauge bei 65 °C gelöst und durch Abkühlen auf 0–5 °C und Einstellen des pH-Wertes auf 8,5 feinteilig wieder ausgefällt. Man lässt nun die unter A. hergestellte Lösung der Reaktivkomponente in 10 Minuten bei 0–5 °C zutropfen und hält den pH-Wert mit 2n Natronlauge auf 8,2–8,5. Nach etwa zweistündigem Nachröhren unter Einhaltung des obigen pH-Wertes ist die Umsetzung abgeschlossen. Durch anschliessendes Einstellen des pH-Wertes auf 6,0, Aussalzen mit 200 g Kaliumchlorid, Absaugen und Trocknen im Vakuum erhält man einen Farbstoff, welcher der Formel



entspricht und Baumwolle nach den oben erwähnten Färbeverfahren in sehr brillanten Blautönen färbt.

In ganz analoger Weise erhält man weitere brillante blaue Reaktivfarbstoffe der allgemeinen Formel



R₁ = H oder niederes Alkyl

R₂ = H oder niederes, ggf. substituiertes Alkyl

R₃ = aromatischer Rest mit ggf. wasserlöslichmachender Gruppe, wenn man die in der nachstehenden Tabelle I (linke Spalte) aufgeführten wasserlöslichen aromatischen Amino-verbindingen R₂-NH-R₃ mit 2,4,6-Trifluortriazin kondensiert und die entstandenen reaktiven Zwischenprodukte mit den in der rechten Spalte der Tabelle I stehenden Amino-cyclohexylaminoanthrachinonkomponenten umsetzt.

Tabelle I

Bsp. Nr.	R ₂ -NH-R ₃	Anthrachinonkomponente
13	4-Aminobenzol-1,2-disulfonsäure	1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthrachinon-2-disulfonsäure
14	4-Amino-5-methylbenzol-1,2-disulfonsäure	"
15	4-Amino-5-methylbenzol-1,3-disulfonsäure	"
16	2-Amino-3,5-dimethylbenzolsulfonsäure	"
17	3-Amino-2,4-dimethylbenzolsulfonsäure	"
18	3-Amino-4-chlorbenzolsulfonsäure	"
19	2-Amino-4-chlor-3-methylbenzolsulfonsäure	"
20	4-Amino-3-chlorbenzolsulfonsäure	"
21	2-Amino-5-methylbenzolsulfonsäure	"
22	4-Amino-3-methylbenzolsulfonsäure	"
23	3-Äthylamino-4-methylbenzolsulfonsäure	"
24	5-Amino-2-methoxybenzolsulfonsäure	"
25	2-Amino-5-methoxybenzolsulfonsäure	"
26	3-Amino-4-methoxybenzolsulfonsäure	"
27	3-Amino-4-(β-hydroxyäthoxy)-benzolsulfonsäure	"
28	5-Amino-2-(β-hydroxyäthoxy)-benzolsulfonsäure	"
29	5-Aminonaphthalin-1,3-disulfonsäure	"
30	8-Aminonaphthalin-1,3-disulfonsäure	"
31	6-Aminonaphthalin-1,3-disulfonsäure	"
32	3-Aminonaphthalin-1,5-disulfonsäure	"
33	2-Aminonaphthalin-1,5-disulfonsäure	"
34	4-Aminonaphthalin-1,5-disulfonsäure	"
35	8-Aminonaphthalin-1,6-disulfonsäure	"
36	4-Aminonaphthalin-2,6-disulfonsäure	"
37	1-Aminonaphthalin-3,6-disulfonsäure	"
38	4-Aminonaphthalin-1,3-disulfonsäure	"
39	6-Aminonaphthalin-1,3,5-trisulfonsäure	"
40	5-Aminonaphthalin-1,3,7-trisulfonsäure	"
41	2-Aminobenzoesäure	"
42	3-Amino-5-sulfobenzoesäure	"

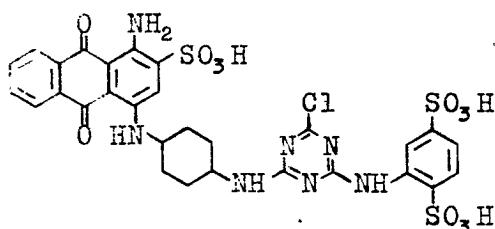
Tabelle I (Fortsetzung)

Bsp. Nr.	R ₂ -NH-R ₃	Anthrachinonkomponente
43	2-Amino-4-sulfobenzoësäure	1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthrachinon-2-disulfonsäure
44	2-Methylaminobenzoësäure	"
45	3-Aminophenylmethansulfonsäure	"
46	N-Phenylaminomethansulfonsäure	"
47	4-Aminophenylmethansulfonsäure	"
48	2-Methylamino-4-sulfobenzoësäure	"
49	5-Aminobenzol-1,3-disulfonsäure	1-Amino-4-(3'-aminocyclohexylamino)-anthrachinon-2-sulfonsäure
50	2-Aminobenzol-1,4-disulfonsäure	"
51	5-Aminobenzol-1,3-disulfonsäure	1-Amino-4-[4'-(β-hydroxyäthylamino)-cyclohexylamino]-anthrachinon-2-sulfonsäure
52	2-Aminobenzolsulfonsäure	"
53	2-Aminobenzol-1,4-disulfonsäure	"
54	3-Aminobenzolsulfonsäure	1-Amino-4-[4'-(β-hydrogensulfato-äthylamino)-cyclohexylamino]-anthrachinon-2-sulfonsäure
55	4-Aminobenzolsulfonsäure	"
56	2-Aminobenzolsulfonsäure	"
57	4-Aminobenzol-1,3-disulfonsäure	1-Amino-4-(3'-aminocyclohexylamino)-anthrachinon-2-sulfonsäure
58	3-Methylaminobenzolsulfonsäure	"
59	4-Methylaminobenzolsulfonsäure	"
60	3-Aminobenzolsulfonsäure	1-Amino-4-[4'-(β-hydroxy-γ-sulfopropylamino)-cyclohexylamino]-anthrachinon-2-sulfonsäure
61	2-Aminobenzolsulfonsäure	"
62	2-Aminobenzol-1,4-disulfonsäure	"
63	2-Methylaminotoluol-4-sulfonsäure	"

Beispiel 64

A. 5,3 g 2,4,6-Trichlortriazin werden in 50 ml Aceton gelöst und durch Eintragen von 50 g Eis als Suspension ausgefällt. Man lässt eine neutralisierte Lösung von 7,2 g 2-Aminobenzol-1,4-disulfonsäure in 70 ml Wasser zutropfen und hält bei 0–5 °C mit 2n Sodalösung den pH-Wert auf 4,5–5,0. Nach Verbrauch von etwa 15 ml 2n Sodalösung ist die Kondensation beendet.

B. 9,4 g 1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthrachinon-2-sulfonsäure werden in 270 ml Wasser und 13,3 ml 4n Natronlauge bei 65 °C gelöst. Man kühlst die Lösung auf 20 °C ab und fällt den Farbkörper durch Herunterstellen des pH-Wertes auf 8,5 in feinteiliger Form aus. Die unter A hergestellte Lösung des 2-(2',4'-dichlortriazinylamino)-benzol-1,4-disulfosauren Natriums wird in 10 Minuten zu der Suspension zugetropft und der pH-Wert mit 1n Natronlauge auf 8,5–8,8 gehalten. Nach Zugabe der Reaktivkomponente wird die Temperatur auf 35 °C gesteigert und die Kondensation bei obigem pH-Wert zu Ende geführt. Die entstandene Farbstofflösung lässt man in eine Mischung von 200 ml gesättigter Kaliumchloridlösung und 110 g Kaliumchlorid bei 40–45 °C einlaufen, röhrt einige Zeit nach, saugt den ausgefällten Farbstoff ab, wäscht ihn mit 20%iger Kaliumchloridlösung und trocknet ihn bei 50 °C im Vakuum. Man erhält etwa 25 g eines salzhaltigen Farbstoffes der Formel:



35 der auf Baumwolle nach dem im Beispiel 3 C angegebenen Verfahren sehr lichtechte, brillante, blaue Drucke mit ausgezeichneten Nassechtheiten ergibt.

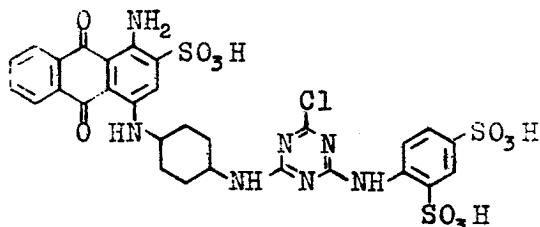
Einen ähnlichen Farbstoff erhält man, wenn man statt 40 5,3 g Cyanurchlorid 9,1 g 2,4,6-Tribromtriazin mit 2-Aminobenzol-1,4-disulfonsäure kondensiert und die erhaltene Reaktivkomponente mit 1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthrachinon-2-sulfonsäure umsetzt.

45

Beispiel 65

A. 8,3 g 2,4,6-Trichlortriazin werden in 85 ml Aceton gelöst und durch Eintragen von 85 g Eis als Suspension ausgefällt. Man lässt eine Lösung von 11,4 g 4-Amino-benzol-1,3-disulfonsäure in Form des Natriumsalzes in 160 ml Wasser bei 0–5 °C zulaufen und hält den pH-Wert mit 2n Sodalösung auf 4,5–5,5. Nach etwa 3 Stunden ist die Kondensation beendet, der Soda verbrauch nach Aufnahme von etwa 30 ml 55 2n Sodalösung zum Stillstand gekommen.

B. 15,0 g 1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthrachinon-2-sulfonsäure werden in 200 ml Wasser und 13,3 ml 4n Natronlauge bei 65 °C gelöst. Man kühlst dann auf 35 °C ab, gibt 150 ml Aceton zu der Lösung und stellt den pH-Wert mit Salzsäure auf 9,0. Zu der Lösung gibt man jetzt die unter A. hergestellte Natriumsalzlösung der 4-(2',4'-Dichlortriazinylamino)benzol-1,3-disulfonsäure zu und hält den pH-Wert mit 2n Natronlauge auf 8,0–8,5. Die Kondensation 60 wird durch dreistündiges Nachröhren bei 35 °C zu Ende geführt. Man engt die Lösung im Vakuum bei 35–40 °C und zum Schluss 12 Torr auf 350 ml ein. Aus der Lösung wird der Farbstoff der Formel:



bei 35 °C mit 100 g Kaliumchlorid ausgesalzen, abgesaugt und mit 20%iger Kaliumchloridlösung gewaschen. Man erhält etwa 31 g Farbstoff, der Baumwolle nach den im Ab-

schnitt 2 C beschriebenen Klotz-Dämpf- oder Klotz-Thermofixierverfahren in sehr licht- und nassechten Blau-tönen färbt.

In zu den Beispielen 64 und 65 analoger Weise erhält man weitere in brillanten Blautönen färbende Reaktivfarbstoffe, wenn man 2,4,6-Trichlortriazin mit den in der linken Spalte der Tabelle II stehenden wasserlöslichen aromatischen Aminen R₂-NH-R₃ kondensiert und die entstandenen Dichlortriazinylamino-Reaktivkomponenten mit den in der rechten Spalte der Tabelle II aufgeführten Amino-cyclohexylamino-anthrachinon-Komponenten umsetzt.

Tabelle II

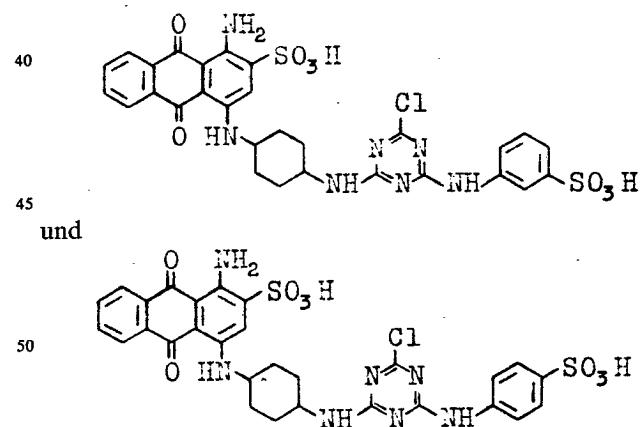
Bsp. Nr.	R ₂ -NH-R ₃	Anthrachinonkomponente
66	4-Amino-5-methylbenzol-1,2-disulfonsäure	1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthrachinon-2-sulfonsäure
67	5-Aminobenzol-1,3-disulfonsäure	"
68	4-Aminobenzol-1,2-disulfonsäure	"
69	2-Aminosulfonbenzoësäure	"
70	7-Aminonaphthalin-1,3-disulfonsäure	"
71	2-Methylaminotoluol-4-sulfonsäure	"
72	2-Aminobenzolsulfonsäure	"
73	2-Amino-5-methoxybenzol-sulfonsäure	"
74	N-Phenylaminomethansulfonsäure	"
75	2-Aminobenzol-1,4-disulfonsäure	1-Amino-4-(3'-aminocyclohexylamino)-anthrachinon-2-sulfonsäure
76	2-Aminobenzolsulfonsäure	1-Amino-4-[4'-(β-hydroxy-γ-sulfopropylamino)-cyclohexylamino]-anthrachinon-2-sulfonsäure
77	2-Aminobenzoësäure	"
78	4-Aminobenzol-1,3-disulfonsäure	"
79	3-Aminonaphthalin-2,7-disulfonsäure	"
80	6-Aminotoluol-3-sulfonsäure	"
81	4-Aminophenylmethan-sulfonsäure	"

Beispiel 82

A. 8,3 g 2,4,6-Trichlortriazin werden in 85 ml Aceton gelöst und durch Eintragen von 85 g Eis als Suspension gefällt. Man lässt nun eine neutralisierte Lösung von 3,9 g 3-Aminobenzolsulfonsäure und 3,9 g 4-Aminobenzolsulfonsäure in 150 ml Wasser zu der Cyanurchloridsuspension bei 0–5 °C zutropfen und hält den pH-Wert mit 2n Sodalösung auf 4,5–5,0, bis das Cyanurchlorid umgesetzt ist.

B. 15,0 g 1-Amino-4-(4'-aminocyclohexylamino)-anthrachinon-2-sulfonsäure werden in 200 ml Wasser und 13,3 ml 4n Natronlauge bei 65 °C gelöst. Man kühlt auf 35 °C ab, gibt 150 ml Aceton zu der Lösung und stellt den pH-Wert mit Salzsäure auf 9,0. Die Lösung des unter A hergestellten Kondensationsproduktes wird nun zu der Lösung der Anthrachinonkomponente getropft und der pH-Wert mit 1n Natronlauge bei 8,0–8,5 gehalten. Man röhrt zur Beendigung der Kondensation bei 35–40 °C noch 3 Stunden nach und lässt dann die erhaltene Farbstofflösung in ein gleiches Volumen gesättigter Kaliumchloridlösung einlaufen.

Das ausgefällte Farbstoffgemisch, welches die Farbstoffe der Formeln



im Verhältnis 1:1 enthält, wird abgesaugt, mit 10%iger Kaliumchloridlösung gewaschen und bei 50 °C in Vakuum getrocknet.

Man erhält etwa 33 g eines Produktes, das auf Baumwolle nach dem im Beispiel 3 C angegebenen Druckverfahren brillante, blaue sehr licht- und nassechte Drucke ergibt.