

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4624554号
(P4624554)

(45) 発行日 平成23年2月2日(2011.2.2)

(24) 登録日 平成22年11月12日(2010.11.12)

(51) Int.Cl.	F 1
C09B 19/02	(2006.01) C09B 19/02
C07D 498/04	(2006.01) C07D 498/04 111
D06P 1/40	(2006.01) D06P 1/40
C09D 11/00	(2006.01) C09D 11/00

請求項の数 6 (全 27 頁)

(21) 出願番号	特願2000-542397 (P2000-542397)
(86) (22) 出願日	平成11年3月1日(1999.3.1)
(65) 公表番号	特表2002-510735 (P2002-510735A)
(43) 公表日	平成14年4月9日(2002.4.9)
(86) 国際出願番号	PCT/IB1999/000338
(87) 国際公開番号	W01999/051681
(87) 国際公開日	平成11年10月14日(1999.10.14)
審査請求日	平成18年2月27日(2006.2.27)
(31) 優先権主張番号	805/98
(32) 優先日	平成10年4月3日(1998.4.3)
(33) 優先権主張国	スイス(CH)

(73) 特許権者	397054015 クラリアント ファイナンス (ビーブイ アイ) リミテッド イギリス領バージン諸島、トートラ、ロー ド タウン、ピー. オー. ボックス 66 2, ウィックカムズ ケイ, シトコ ビルデ イング
(74) 代理人	100099759 弁理士 青木 篤
(74) 代理人	100077517 弁理士 石田 敏
(74) 代理人	100087413 弁理士 古賀 哲次
(74) 代理人	100111903 弁理士 永坂 友康

最終頁に続く

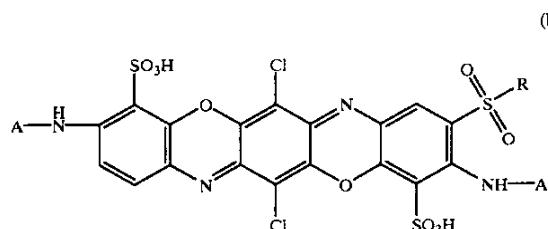
(54) 【発明の名称】有機基材染色用のトリフェンジオキサジン染料

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下式(I)の化合物。

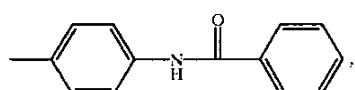
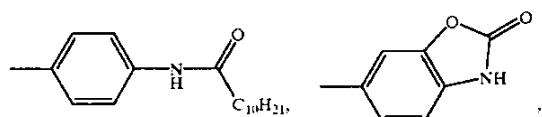
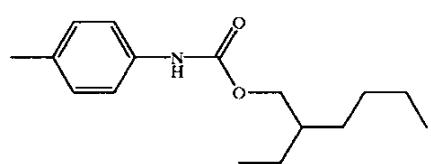
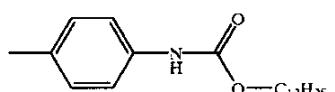
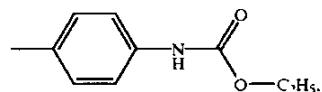
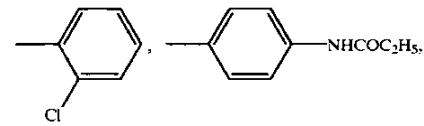
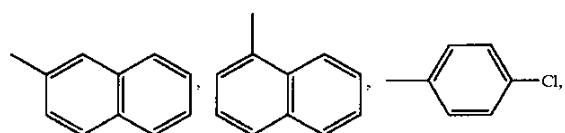
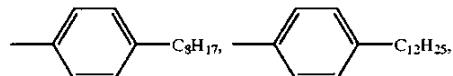
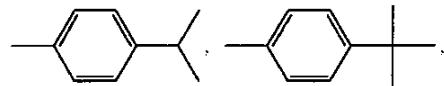
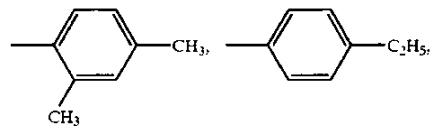
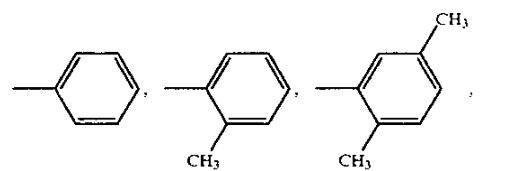
【化 1】



10

(上式中、Aは水素、C₁₋₁₂アルキル又はフェニルであり、Rは下式

【化 2】



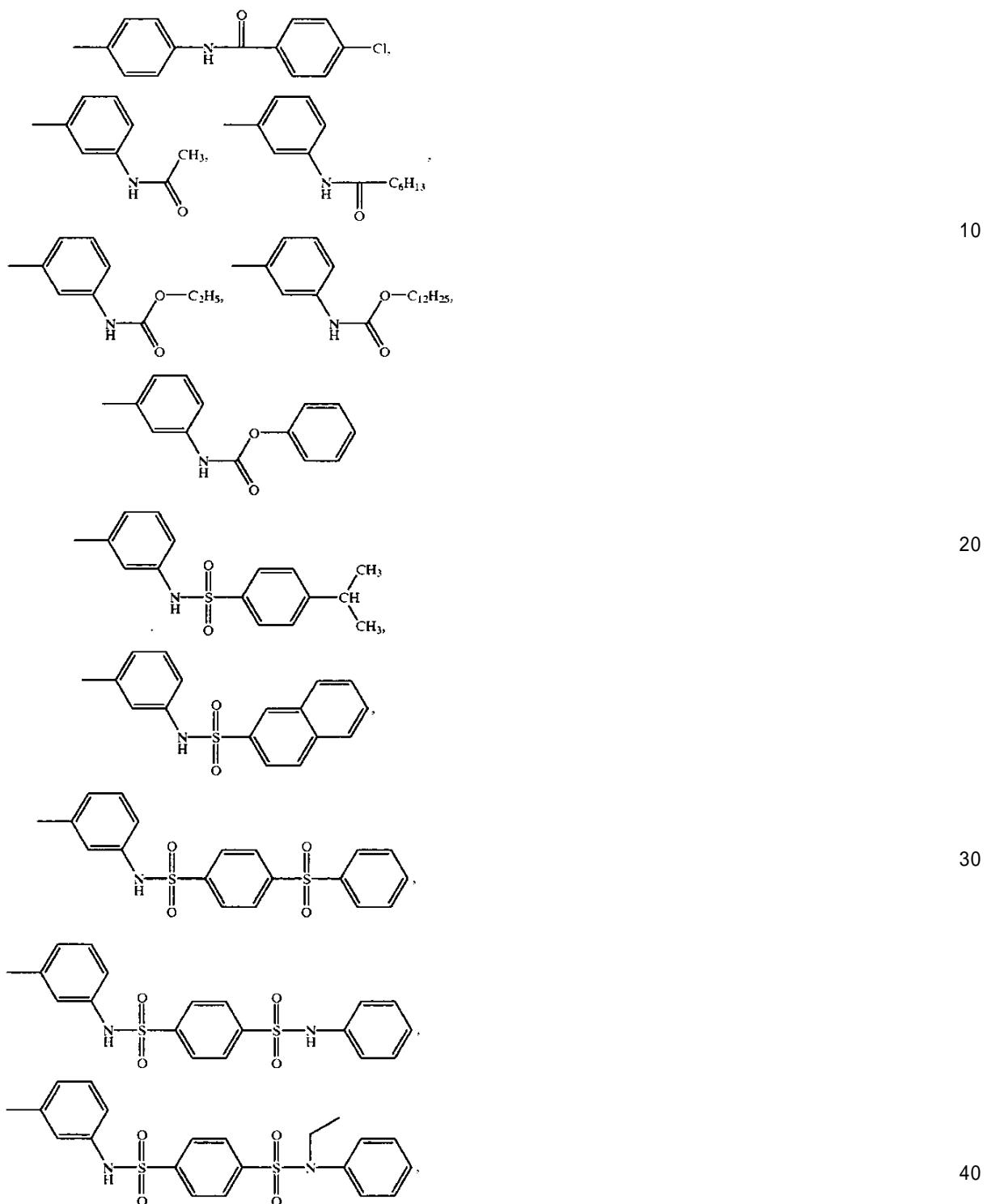
10

20

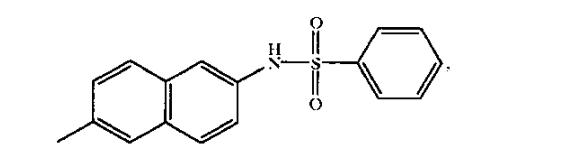
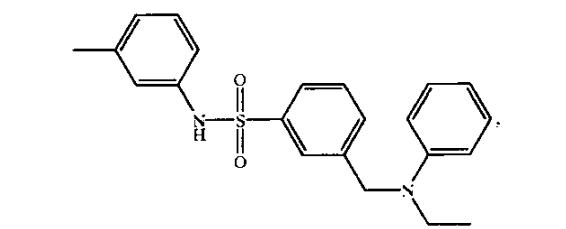
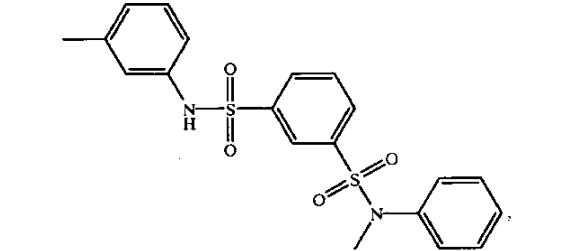
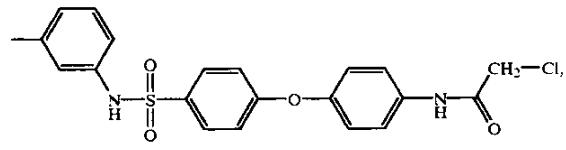
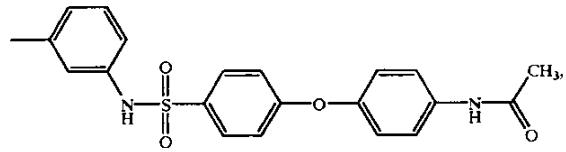
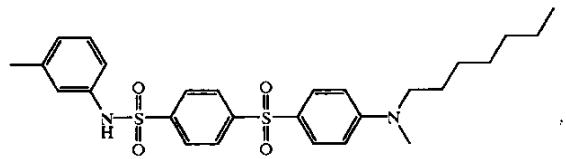
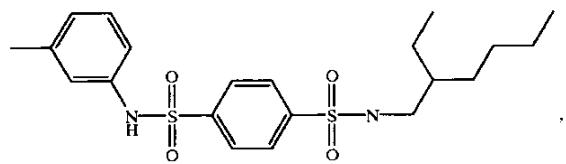
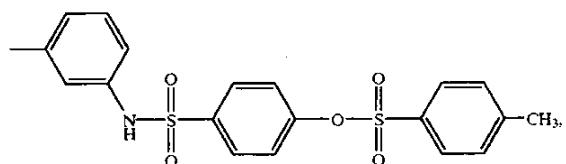
30

40

【化 3】



【化 4】



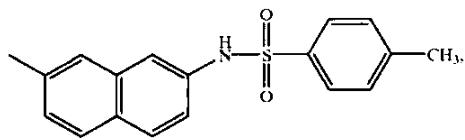
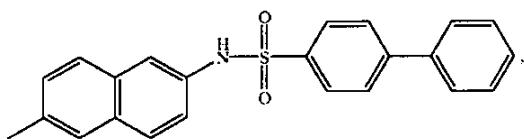
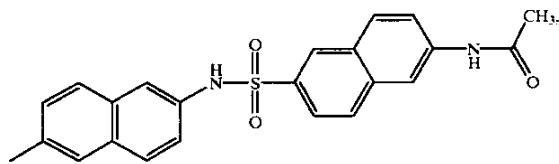
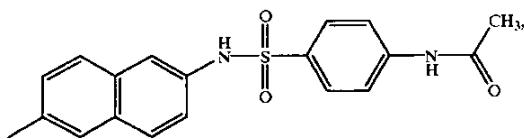
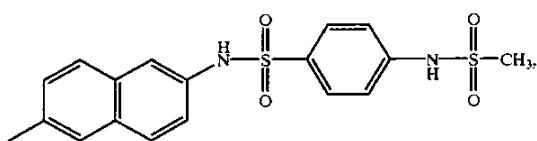
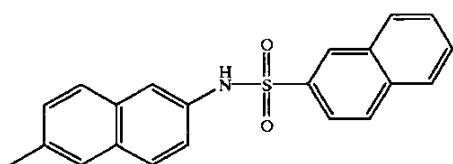
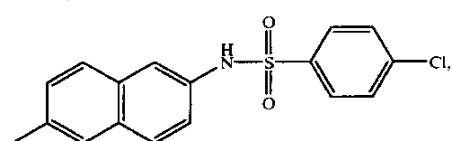
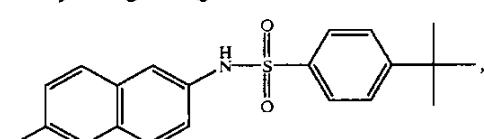
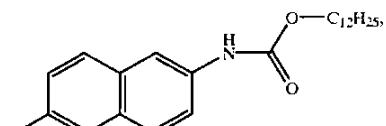
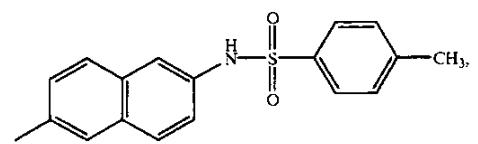
10

20

30

40

【化 5】



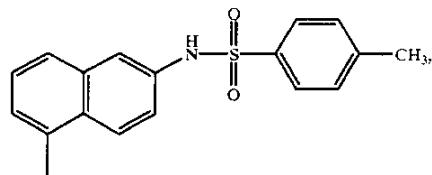
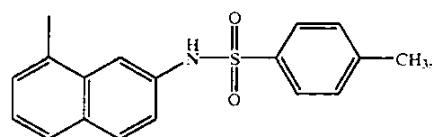
10

20

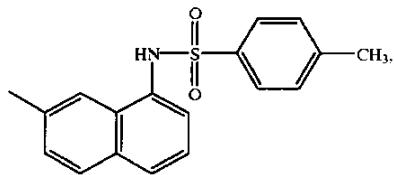
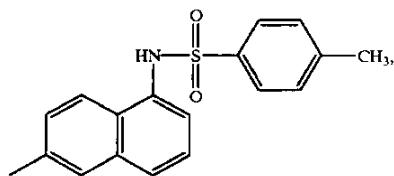
30

40

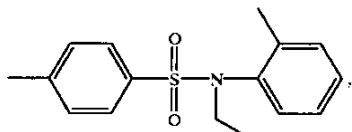
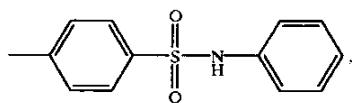
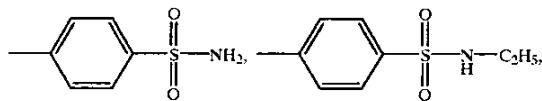
【化 6】



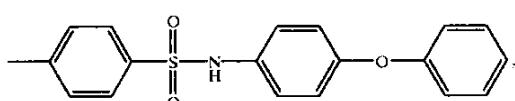
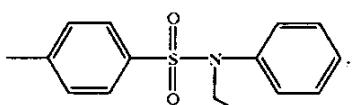
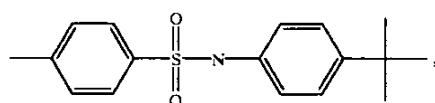
10



20

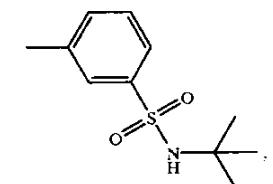
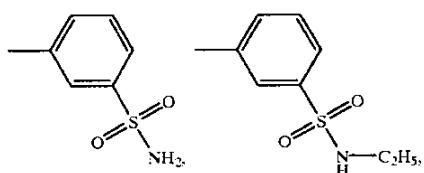


30

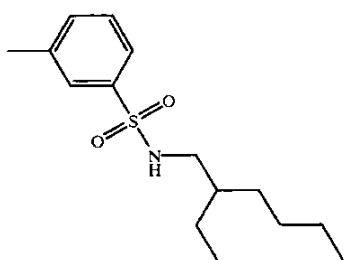


40

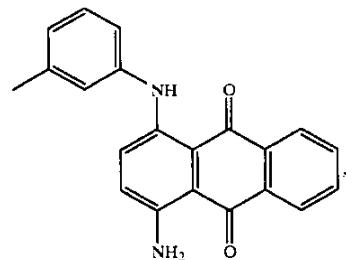
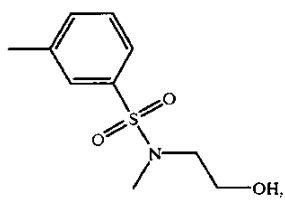
【化 7】



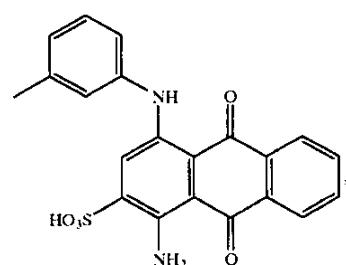
10



20

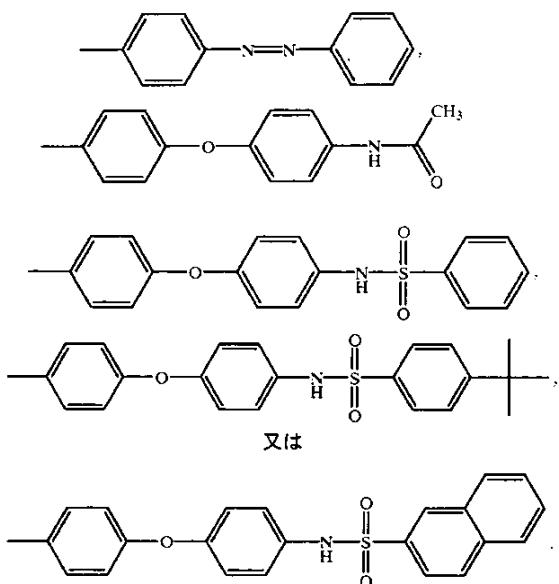


30



40

【化 8】



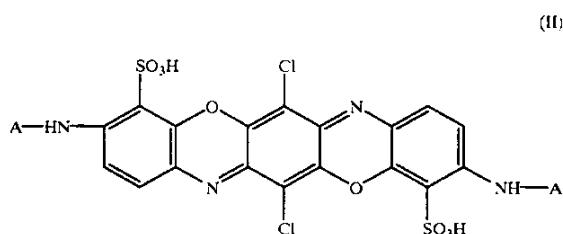
20

(の基より選ばれる基である)

【請求項 2】

酸化剤の存在下において、下式(II)

【化 9】

(上式中、Aは水素、 C_{1-12} アルキル又はフェニルである)

のトリフェンジオキサジンを、請求項1に規定の基Rを置換基として有するスルフィン酸もしくはその塩と反応させることを特徴とする、請求項1記載の式(I)の化合物の製造方法。

【請求項 3】

酸化剤として、ペルオキソ二硫酸塩または鉄(III)塩を用いることを特徴とする、請求項2記載の方法。

40

【請求項 4】

有機基材を染色するための、請求項1記載の式(I)の化合物の使用。

【請求項 5】

ウール、絹及び合成ポリアミドを染色するための、反応性基又は塩基性置換基を含まない請求項1記載の式(I)の化合物の使用。

【請求項 6】

インクジェット法用のインクを製造するための、請求項1記載の式(I)の化合物の使用。

。

【発明の詳細な説明】

50

【0001】

本発明は、新規トリフェンジオキサジン染料、その新規製造方法、及び有機基材を染色するためのその使用に関する。

【0002】

トリフェンジオキサジン染料は、広範囲の物質を染色するためのアニオン染料及びカチオン染料として知られている。これは反応性染料及び顔料としても用いられている。

【0003】

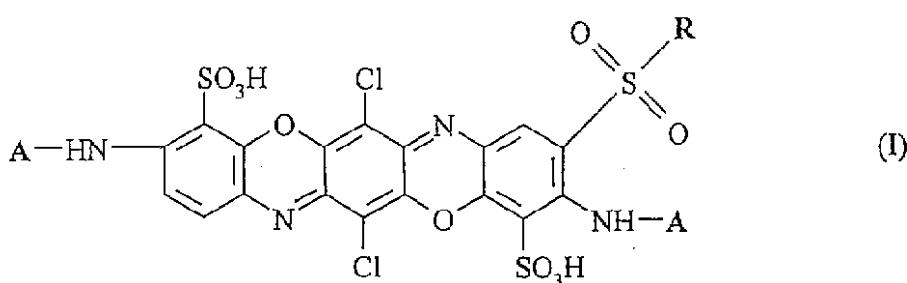
新規方法により、任意に置換されたスルホン基を含み、酸性染料および反応性染料としても用いることができる、片側のみ置換されたトリフェンジオキサジン染料を製造可能であることが見出された。

10

【0004】

従って、本発明は、下式(I)の化合物を提供する。

【化3】



20

上式中、Aは水素又は任意の置換基であり、Rは任意の基であり、この基の置換の態様及び置換基Aは最終生成物の特性を決定する。中性及びアニオン置換基はウール、絹及び合成ポリアミドを染色するための、及び皮革、紙用の、及びインクジェット用のインクを製造するための酸性染料を提供し、反応性基の存在は、セルロースを染色するための反応性染料を提供する。これらは単なる例示であり、本発明の新規方法は任意の基R及び置換基Aを導入することを可能にする。

30

【0005】

Aは好ましくは水素又は任意に置換したアルキルもしくはアリール基であり、この置換基は好ましくは同じである。しかしながら、任意に置換したトリアジン基を分子の片側のみに導入することも可能である。

【0006】

しかしながら、ウール、絹及び合成ポリアミドの染色用の好ましい染料は、置換基Aとして1つの未置換C₁₋₁₂アルキルもしくはフェニル基を含み、又は最も好ましくは、未置換であり、すなわち2つの1級アミノ基を含む。

40

【0007】

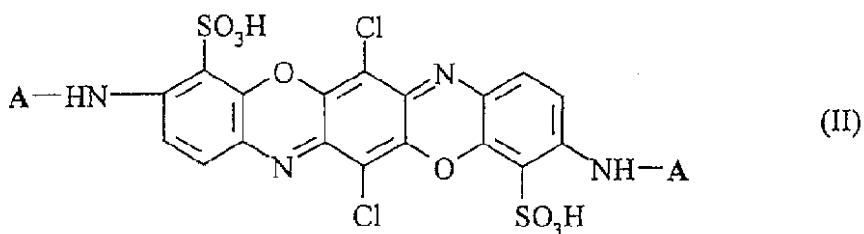
一方、反応性染料を望む場合、この目的に必要な反応性基は、好ましくは相応して置換した基Aとして導入され、これは2つの同じ基Aを同時に又は片側のみに1つの基Aを提供することが可能である。そのような基の例は、広範囲の染料から公知であり、1級アミノ基の置換によって導入することが可能である。

【0008】

新規トリフェンジオキサジン染料は、所定の部位に任意に置換されたスルホン基を含み、これは新規方法を用いることによって導入される。本発明の方法は、酸化剤の存在下において、下式(II)

【化4】

50



10

のトリフェンジオキサジンを任意に置換したスルフィン酸と反応させることを特徴とする。この反応は公知であり、例えばBerichte 28(1895), 1315-1318に記載されている。

【0009】

しかし、この反応は従来、トリフェンジオキサジン分子の片側のみの置換には用いられておらず、任意に置換したスルフィン酸を用いるこの非対称置換が収量高く成功することは驚くべきことである。

【0010】

基Rは、任意に置換したアルキル、シクロアルキルもしくはアリール基であり、複素環式スルフィン酸を用いることも可能である。様々な文献に記載されているように、脂肪族及び特に芳香族スルフィン酸が好ましい。好ましい基Rの例は、C₁₋₁₂アルキル、フェニル、ナフチル及び、特に置換したフェニルもしくはナフチルであり、これらの置換基はC₁₋₁₂アルキル、ハロゲン、C₁₋₁₂アルコキシ、特に置換したスルホン酸基であってよい。特に好ましい基Rは、アミド基を有するフェニル及びナフチル基であり、これは任意に置換していてよく、スルホン酸もしくはカルボン酸と反応したアミノ基又はアミド化スルホン酸もしくはカルボン酸のいずれかであってよい。基Rは、その一部として、アントラキノン基又はトリフェンジオキサジン基を含んでいてもよい。

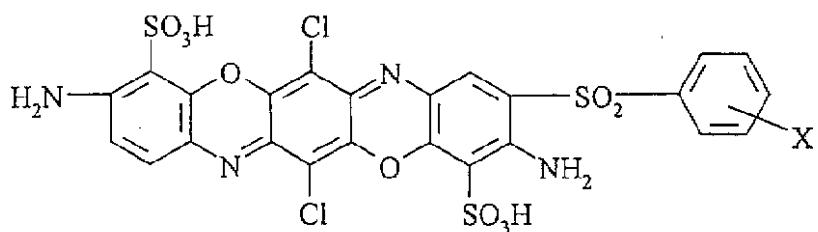
20

【0011】

特に好ましい式(I)の染料は、以下の構造を有する。

30

【化5】



40

(上式中、Xは基-NH-CO-Y、-SO₂-NH-Y、-CO-NH-Y又は-NH-SO₂-Yであり、ここでYは任意の基である)

【0012】

基Yは、好ましくは任意に置換したC₁₋₁₂アルキル、フェニルもしくはナフチル基であり、又は-SO₂-NH-Yもしくは-CO-NH-Yの場合は水素である。

50

【0013】

本発明の式(I)の化合物の製造方法は、フェニレンジアミンとスルフィン酸との反応について記載されている公知の条件において行ってよい。酸化剤の選択に応じて、維持されるpHはアルカリ性であるか酸性であり、反応は高温において又は低温において進行する。好適な酸化剤の例は、鉄(III)塩、ペルオキソ二硫酸塩(過硫酸塩)、過マンガン酸塩、二酸化マンガン、クロム酸、過酸化物、過酸、ニクロム酸塩、塩素酸塩、臭素酸塩、沃素酸塩、酸化銀、酸化鉛、四酢酸鉛であり、ペルオキソ二硫酸塩及び鉄(III)塩が好ましい。

【0014】

用いるスルフィン酸及び式(II)の出発化合物は公知の化合物であり、又は行為の化合物から公知の製造方法によって製造される。

式(I)の染料は、公知の方法により、例えばアルカリ金属塩により塩析し、濾過し、そして乾燥することにより(所望により真空中、わずかに高温において)反応媒体から単離される。

【0015】

反応条件及び/又は単離条件によっては、式(I)の染料は遊離酸として、塩として、又は例えばアルカリ金属イオン(例えばナトリウムイオン)、又はアンモニウムイオン、アルキルアンモニウムイオン(例えば、モノ、ジもしくはトリメチル又はモノ、ジもしくはトリエチルアンモニウムカチオン)より選ばれる1種以上のカチオンを含む混合塩として得られる。この染料は、従来の方法により、遊離酸から塩もしくは混合塩に、特に1種の塩から他の塩に転化することができる。

【0016】

式(I)の染料及びその塩は、天然もしくは合成ポリアミドからなる繊維材料を青色に染色もしくは捺染することに特に適している。

従って、本発明は、他の態様において、天然もしくは合成ポリアミドから成る繊維材料を染色もしくは捺染するための、式(I)の染料、その塩及び混合物の使用を提供する。

【0017】

この染色は、公知の方法、例えばUllmanns Encyklopädie der technischen Chemie, 4版、1982, 22巻、658-673頁、又はM.Peter and H.K.RoutteらのGrundlagen der Textilveredlung, 13版、1989, 535-556頁566-574頁に記載の染色方法によって行われる。染色は好ましくは、30~100、より好ましくは80~100において、40:1の液比で吸尽法で行われる。

【0018】

染色される基材は、例えば糸、織布、編布、もしくはカーペットであってよい。ラムウール、カシミヤ、アルパカ及びモヘヤのような纖細な基材に対してもフルファッショングの染色が十分可能である。

【0019】

本発明の染料及びその塩は、公知の酸性染料と優れた相溶性を有する。従って、式(I)の染料、その塩又は混合物は染色もしくは捺染工程において単独で用いることができ、又は同じ種類の他の酸性染料、すなわち匹敵する染色特性、例えば堅牢性及び染料槽から基材への吸尽速度を有する酸性染料と共に染色もしくは捺染組成物中の成分として用いることができる。本発明の染料は、適当な発色団を有するある種の他の染料と共に用いることができる。染色もしくは捺染組成物中に存在する染料の比は得ようとする色相によって決定される。

【0020】

上記のように、式(I)の新規染料は、天然及び合成ポリアミド、すなわちウール、絹及びすべてのナイロンタイプの染色に適しており、高い堅牢性、特に優れた光堅牢性及び優れた湿潤堅牢性(50洗浄、アルカリ性発汗)を有する染色が得られる。式(I)の染料及びその塩は、高い吸尽及び定着速度を示す。さらに、未定着の染料は基材から容易に洗浄除去される。式(I)の染料及びその塩の付着能も同様に優れている。基材上のトーンオント

10

20

30

40

50

ーン(tone on tone)染色は優れた品質を示す。すべての染色も人工光下において一定の色相を示す。さらに、かま蒸し及び煮沸に対する堅牢性も優れている。

【0021】

この新規染料の利点の1つは、金属を含まないことである。

この染料が反応性基を含む場合、ヒドロキシル含有または窒素含有有機基材の染色もしくは捺染に適している。好ましい基材は、皮革及び天然もしくは合成ポリアミドからなる、もしくはこれらを含む纖維材料、特に天然もしくは再生セルロース、例えばコットン、フィラメントビスコースもしくはステープルビスコースである。最も好ましい基材は、コットンからなるもしくはコットンを含む纖維材料である。

【0022】

10

式(I)の化合物は、反応性染料の通常の染色もしくは捺染法による染料液もしくはプリントペーストに用いることができる。染色は好ましくは、液体媒体からの吸尽法により、30~100、特に50~60もしくは80~100の温度範囲において行われる。液体比(基材に対する液体の比)は好ましくは6:1~30:1、より好ましくは10:1~20:1である。

【0023】

本発明の化合物は、独立した染料として、又はその相溶性が優れているため、匹敵する染色特性、例えば一般的堅牢性、吸尽性等を有する同じ種類の他の反応性染料と共に用いることができる。得られる染料混合物は個々の染料による染色と同様の堅牢性を有する。

【0024】

20

式(I)の化合物は、優れた吸尽性及び定着性を与える。未定着の染料部分は容易に洗浄除去される。得られる染色及び捺染は優れた光堅牢性を有する。さらに、これは優れた湿潤堅牢性、例えば洗浄、水、海水、及び発汗堅牢性を有し、塩素化水、過塩素酸漂白、過酸化物漂白及び過ホウ酸洗濯洗剤のような酸化雰囲気に対して優れた安定性を有する。以下の実施例において、部及びパーセントは質量基準であり、温度は摂氏である。

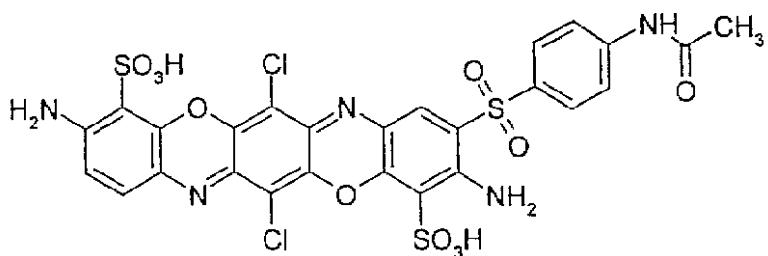
【0025】

実施例 1

54.5部の3,10-ジアミノ-6,13-ジクロロトリフェンジオキサジン-4,11-ジスルホン酸をpH 8.5において、水酸化リチウムにより1000部の水に溶解し、29部の、ナトリウム塩の形態の4-アセチルアミノベンゼンスルフィン酸と混合し、次いで36部のペルオキソ二硫酸カリウムと混合した。この間、水酸化ナトリウム水溶液の転化によってpHを7~8に保った。形成した反応生成物を濾過し、乾燥させた。乾燥により下式の化合物が得られた。

30

【化6】



40

これは合成ポリアミド及びウールを赤青色に染色し、優れた湿潤堅牢性を有していた。

【0026】

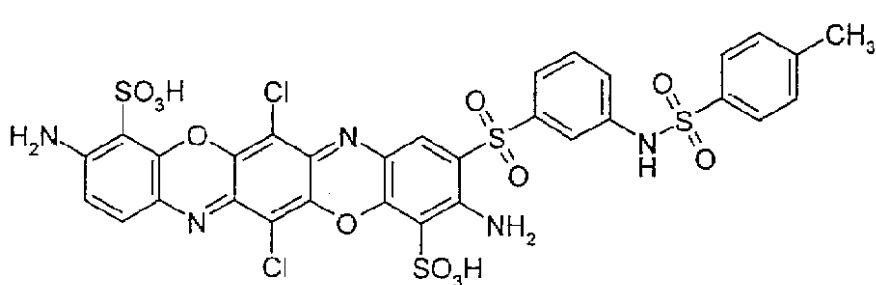
実施例 2

54.5部の3,10-ジアミノ-6,13-ジクロロトリフェンジオキサジン-4,11-ジスルホン酸をpH 8.5において、水酸化リチウムにより1000部の水に溶解し、20部の3-アミノベンゼンス

50

ルフィン酸と混合した。次いで31部のペルオキソニ硫酸アンモニウムを1時間かけて散布した。pHは2.5~3に低下した。濾過後、残留物を60において1000部の水に攪拌し、水酸化リチウムで中和することにより溶解した。60~65において、30部の4-メチルベンゼンスルホニルクロリドを2時間かけて散布し、水酸化リチウムの転化によってpHを5.5~6に保った。形成した反応生成物を濾過し、乾燥させた。乾燥によって下式の化合物が得られた。

【化7】



10

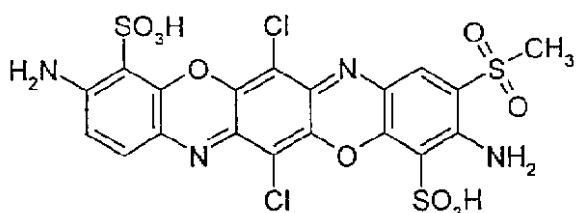
これは合成ポリアミド及びウールを赤青色に染色し、優れた湿潤堅牢性を有していた。

【0027】

実施例3

54.5部の3,10-ジアミノ-6,13-ジクロロトリフェンジオキサジン-4,11-ジスルホン酸をpH 8.5において、水酸化リチウムにより1000部の水及び400部のジメチルホルムアミドに溶解し、16部の、ナトリウム塩の形態のメチルスルフィン酸と混合し、次いで200部の水に溶解した42部の塩化鉄(II)と混合した。pHは2.5~3に低下した。この反応混合物を46部の濃塩酸と混合し、次いで濾過した。この濾過残留物をpH 8~9において再び1000部の水及び水酸化リチウムに溶解した。80部の塩化ナトリウムにより染料が沈殿し、濾過し、乾燥させた。この染料は以下の構造を有していた。

【化8】



30

これは合成ポリアミド及びウールを赤青色に染色し、優れた湿潤堅牢性を有していた。

【0028】

実施例4

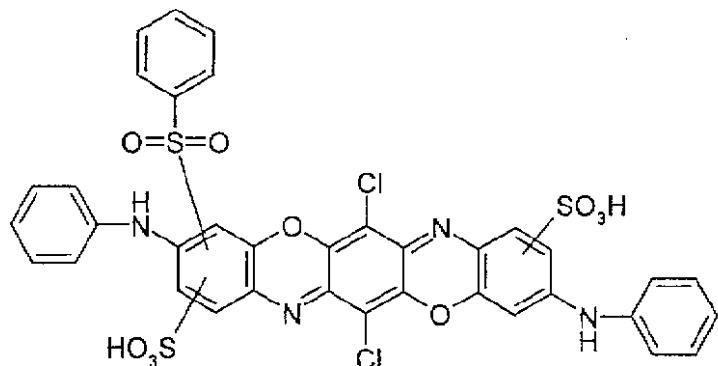
米国特許第2,134,505号に従って製造した、69.7部のC.I.Direct Blueを1000部の水に溶解し、25部のベンゼンスルフィン酸と混合し、500部の水中の36部のペルオキソニ硫酸ナトリウムの溶液に加えた。pHは1.5~2に低下した。薄層クロマトグラフィーにより出発

40

50

物質が検出されなくなったならば、炭酸ナトリウムにより pH を 7 ~ 8 に調整し、150部の塩化ナトリウムを添加することによって染料を沈殿させた。これはウール及びポリアミドを赤青色に染色し、優れた洗浄、汗及び縮充堅牢性を示した。これは以下の構造であると考えられる。

【化 9】

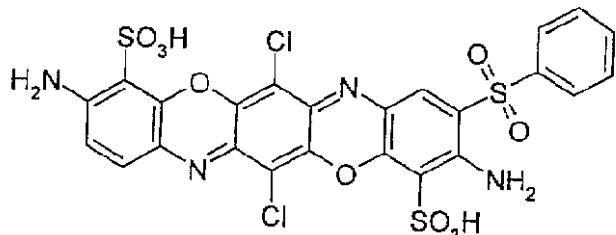


10

【0029】

実施例 5
54.5部の3,10-ジアミノ-6,13-ジクロロトリフェンジオキサジン-4,11-ジスルホン酸を pH 8.5において、水酸化リチウムにより1000部の水に溶解した。この溶液を、0.2部の、エトキシリ化アルキルフェノールをベースとする湿潤剤、25部のベンゼンスルフィン酸ナトリウム及び36部の過酸化ベンゾイルと混合した。pH は 5 に低下した。3 時間攪拌後、この反応混合物を濾過した。これは以下の構造であった。

【化 10】



30

これは合成ポリアミド及びウールを赤青色に染色し、優れた湿潤堅牢性を有していた。

40

【0030】

実施例 6

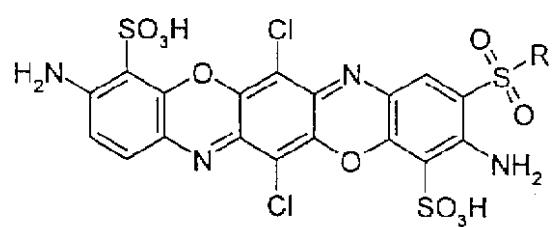
54.5部の3,10-ジアミノ-6,13-ジクロロトリフェンジオキサジン-4,11-ジスルホン酸を pH 8.5において、水酸化リチウムにより1000部の水に溶解し、25部の、200部の水に溶解したベンゼンスルフィン酸のナトリウム塩と混合した。この溶液を、400部の水中の40部の重クロム酸ナトリウムの溶液に滴加した。この間、塩酸の添加により pH を 5 ~ 5.5 に維持した。実施例 5 と同じ染料が得られた。

【0031】

実施例 1 ~ 6 と同様にして、以下に示す化合物を製造することが可能である。

【化 11】

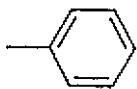
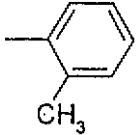
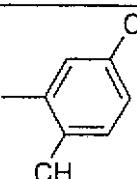
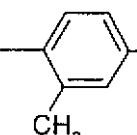
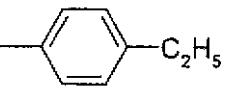
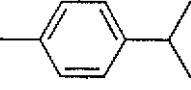
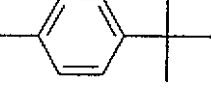
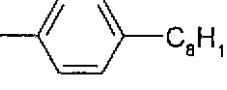
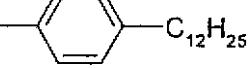
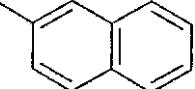
50



10

【 0 0 3 2 】

【表1】

Example	R
7	
8	
9	
10	
11	
12	
13	
14	
15	
16	

【0033】

【表2】

10

20

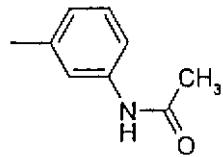
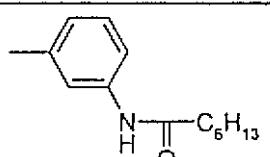
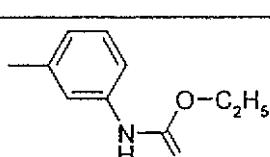
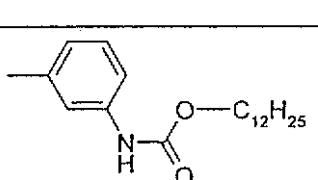
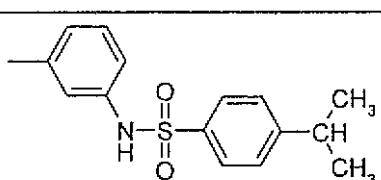
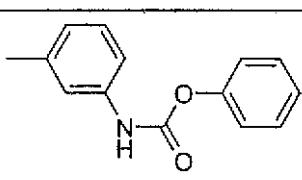
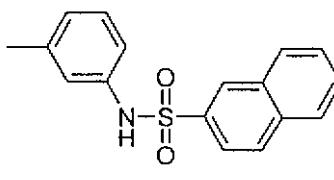
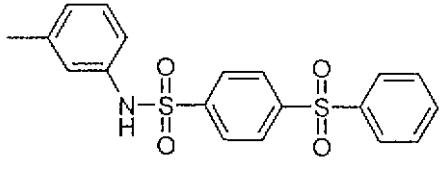
30

40

17		
18		
19		10
20		
21		
22		20
23		
24		
25		30
26		
27		40

【0034】

【表3】

28		
29		10
30		
31		20
32		
33		30
34		
35		40

【 0 0 3 5 】

【表4】

36		
37		10
38		
39		20
40		
41		30
42		40

【 0 0 3 6 】

【表5】

43		
44		10
45		
46		20
47		
48		30
49		
50		40

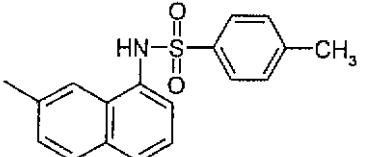
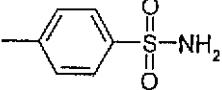
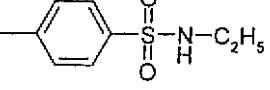
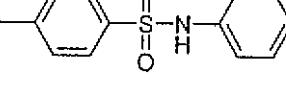
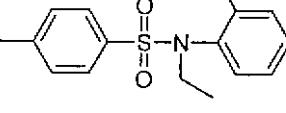
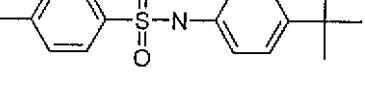
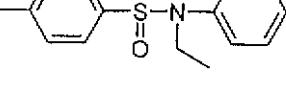
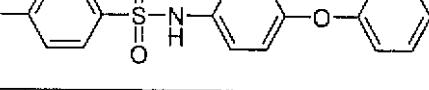
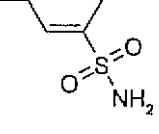
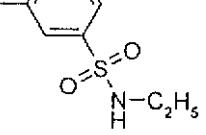
【0037】

【表6】

51		
52		10
53		
54		
55		20
56		
57		30
58		40

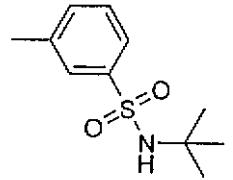
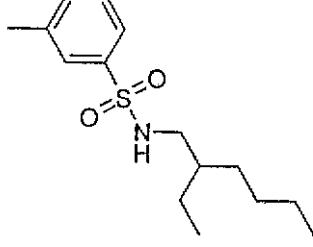
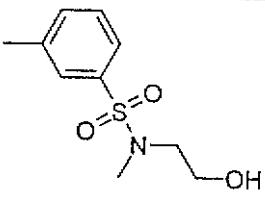
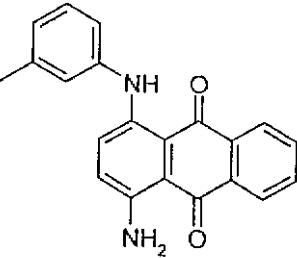
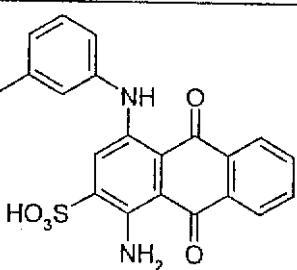
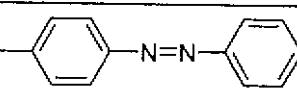
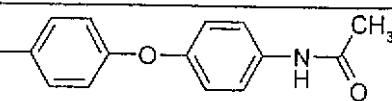
【0038】

【表7】

59		
60		
61		10
62		
63		
64		20
65		
66		30
67		
68		40

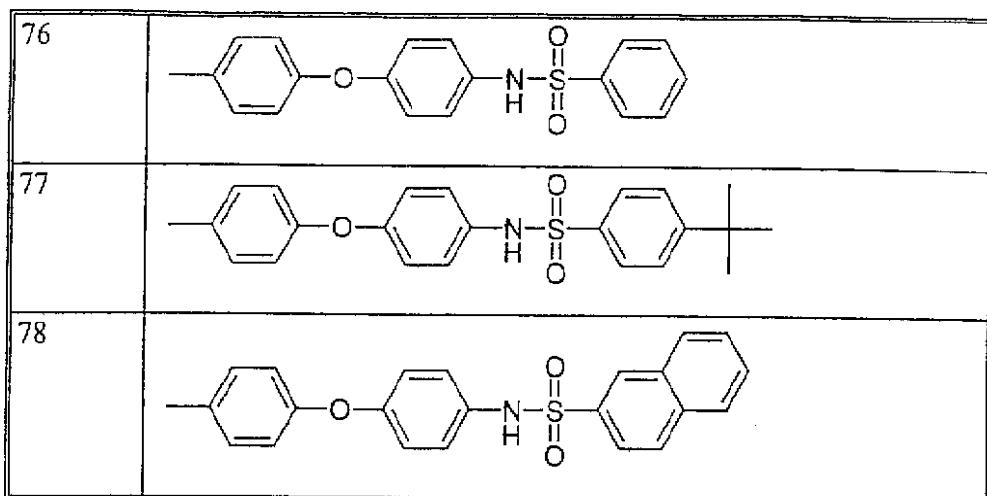
【0039】

【表8】

69		
70		10
71		
72		20
73		30
74		
75		40

【0040】

【表9】



10

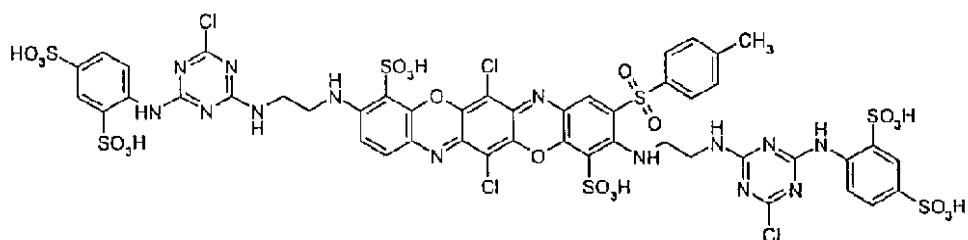
【0041】

実施例 7 9

獨国公開公報2503611号の実施例9の染料136部をpH 8.5において、水酸化リチウムにより2000部の水に溶解し、22部の、ナトリウム塩の形態の4-メチルベンゼンスルフィン酸と混合し、次いで32部のペルオキソニ硫酸カリウムと混合した。この間、水酸化ナトリウム水溶液の添加によりpHを7~8に維持した。形成した反応生成物を濾過し、乾燥させた。乾燥により、下式の化合物が得られた。

20

【化12】



30

これは、反応性染料により染色する公知の方法によって、セルロース繊維材料を赤青色に染色し、堅牢性が優れていた。

【0042】

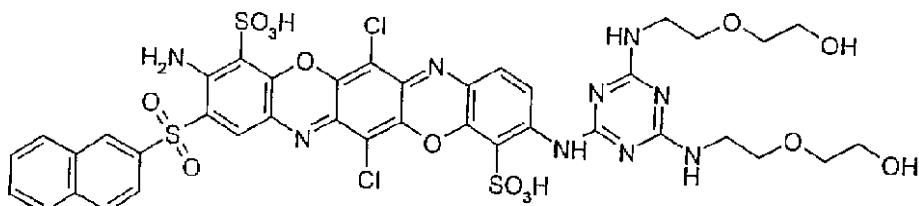
実施例 8 0

54.5部の3,10-ジアミノ-6,13-ジクロロトリフェンジオキサジン-4,11-ジスルホン酸をpH 8.5において、水酸化リチウムにより1000部の水に溶解し、500部の氷と混合した。次いで、18.4部の塩化シアヌル酸を散布し、このバッチを出発物質が薄層クロマトグラフィーで検出されなくなるまで0~5において攪拌した。この間、水酸化リチウム水溶液を滴加することによりpHを6~7に保った。次いで、22部のジエチレングリコールアミンを加え、このバッチを徐々に80まで加熱し、水酸化リチウム水溶液を滴加することによりpHを8~9に保った。形成した反応生成物を濾過し、1000mlの水に再び溶解した。この溶液を26部の、ナトリウム塩形態のナフタレン-2-スルフィン酸と混合し、次いで35部のペルオキソニ硫酸カリウムを散布した。形成した染料を濾過し、乾燥させた。これは下式の構造を有しており、ウール及び合成ポリアミドを紫色に染色し、湿潤堅牢性が優れていた。

40

【化13】

50



10

【0043】

適用例 A

2000部の水、エトキシル化アミノプロピル脂肪酸アミドをベースとし、染料に対して親和性を有する、1部の弱力チオン活性均染剤、1.5部の実施例1の染料からなり、1~2部の40%酢酸によりpH5に調整した、40の染料槽に100部のナイロン-6布帛を入れた。40において10分後、この染料槽を毎分1の速度で98まで加熱し、45~60分間沸騰させた。その後、15分かけて70まで冷却した。染料槽から取り出し、熱水で、次いで冷水で洗浄し、乾燥させた。得られた結果は、青色のポリアミド染色であり、光及び湿潤堅牢性に優れていた。

【0044】

20

適用例 B

2000部の水、エトキシル化アミノプロピル脂肪酸アミドをベースとし、染料に対して親和性を有する、1部の弱力チオン活性均染剤、1.5部の実施例1の染料からなり、1~2部の40%酢酸によりpH5.5に調整した、40の染料槽に100部のナイロン-6,6布帛を入れた。40において10分後、この染料槽を毎分1.5の速度で120まで加熱し、この温度に15~25分間放置した。その後、25分かけて70まで冷却した。染料槽から取り出し、熱水で、次いで冷水で洗浄し、乾燥させた。得られた結果は、青色のポリアミド染色であり、均染性に優れ、かつ光及び湿潤堅牢性に優れていた。

【0045】

30

適用例 C

4000部の水、硫酸化、エトキシル化脂肪酸アミドをベースとし、染料に対して親和性を有する、1部の弱両性均染剤、2部の実施例1の染料からなり、1~2部の40%酢酸によりpH5に調整した、40の染料槽に100部のウール布帛を入れた。40において10分後、この染料槽を毎分1の速度で沸騰するまで加熱し、45~60分沸騰させた。その後、20分かけて70まで冷却した。染料槽から取り出し、熱水で、次いで冷水で洗浄し、乾燥させた。得られた結果は、青色のウール染色であり、光及び湿潤堅牢性に優れていた。

【0046】

40

100部のナイロン-6織布に、40部の実施例1の染料、100部の尿素、20部の、ブチルジグリコールをベースとするノニオン安定剤、15~20部の酢酸(pHを4に調整するため)、10部の、エトキシル化アミノプロピル脂肪酸アミドをベースとし、染料に対して親和性を有する弱力チオン活性均染剤、及び810~815部の水(パジング液を1000部にするため)からなる50の液体でパジングした。

【0047】

こうして含浸された材料を巻き取り、スチームチャンバー内で飽和水蒸気条件において85~98にて3~6時間放置し、定着させた。次いで熱水及び冷水で洗浄し、乾燥させた。得られた結果は、青色のナイロン染色であり、均染性に優れ、かつ光及び湿潤堅牢性に優れていた。

【0048】

適用例 E

ナイロン-6からなり、合資ベース布帛を有する繊維パイルシート材料を、1000部あたり

50

2部の実施例1の染料、4部の、キャラブフラワー(carob flour)エーテルをベースとする市販入手可能な増粘剤、2部の高級アルキルフェノールのノニオンエチレンオキシド付加物、1部の60%酢酸を含む液体でパジングした。これを、1000部あたり20部の市販入手可能なアルコキシリ化脂肪アルキルアミン及び20部のキャラブフラワー-エーテルをベースとする市販入手可能な増粘剤を含むペーストで捺染した。この捺染を飽和水蒸気中で100において6分間定着させ、洗浄し乾燥させた。得られた結果は、均染な、青と白色のパターンを有するカバー材料であった。

【0049】

適用例F

2000部の水、エトキシリ化アミノプロピル脂肪酸アミドをベースとし、染料に対して親和性を有する、1部の弱力チオン活性均染剤、0.5部の実施例1の染料、0.6部の市販入手可能なC.I.Acid Yellow 236 (Nylosan Yellow F-L)及び0.25部の市販入手可能なC.I.Acid Red 154 (Nylosan Red F-2B)からなり、1~2部の40%酢酸によりpH5に調整した、40の染料槽に100部のナイロン-6,6布帛を入れた。40において10分後、この染料槽を毎分1の速度で98まで加熱し、45~60分間沸騰させた。その後、15分かけて70まで冷却した。染料槽から取り出し、熱水で、次いで冷水で洗浄し、乾燥させた。得られた結果は、灰色のポリアミド染色であり、均染性に優れ、かつ光及び湿潤堅牢性に優っていた。

【0050】

適用例G

1000部の水、80部の焼成したグラウバー塩、1部のナトリウムニトロベンゼン-3-スウホネート及び1部の実施例7~9の染料からなる染料槽を10分かけて80に加熱した。次いでこれに100部の苛性加工したコットンを入れた。80において5分間染色を行い、次いで15分かけて95に加熱した。95において10分後、3部の炭酸ナトリウムを加え、20分後にさらに7部の炭酸ナトリウムを加え、30分後に95において10部の炭酸ナトリウムを加えた。次いで95において60分間染色を続けた。次いで、染色された材料を染料槽から取り出し、脱イオン流水中で3分間洗浄した。次いで、5000部の脱イオン沸騰水中で10分間洗浄し、60において脱イオン流水中で3分間洗浄し、さらに冷水道水中で1分間洗浄した。乾燥し、堅牢性に優れた、青色のコットン染色が得られた。

【0051】

適用例H

300部の水及び2部の実施例1の染料からなる染料槽中で、55において30分間、100部のクロムなめしを施し、かつ合成再なめしを施した湿った皮革を染色した。4部の、スルフィットか魚油の60%エマルジョンを添加した後、この皮革に45分間加脂処理を行った。次いで、8.5%の蟻酸で酸性にし、10分間攪拌した(槽中の最終pHは3.5~4.0)。次いでこの皮革を洗浄し、乾燥させ、仕上げた。得られた結果は、均質に青色に染色された、堅牢性に優れた皮革であった。

【0052】

適用例I

0.2部の実施例1の染料を100部の热水に溶解し、この溶液を室温まで冷却した。この溶液を、2000部の水中の、粉碎した100部の化学的に漂白したスルフィットセルロースに加えた。15分混合後、樹脂サイジング剤及び硫酸アルミニウムにより従来の方法でサイジングを行った。これより製造した紙は明るい青色であり、堅牢性に優っていた。

【0053】

適用例J

3部の実施例3の染料を82部の脱イオン水及び15部のジエチレングリコールに60において溶解した。室温まで冷却すると、紙もしくはポリアミド及びウール纖維のインクジェット捺染に適した青色のインクが得られた。

10

20

30

40

フロントページの続き

(74)代理人 100102990
弁理士 小林 良博

(74)代理人 100128495
弁理士 出野 知

(72)発明者 シェーフベルガー, ゲオルク
スイス国, ツェーハー - 4055 バーゼル, ハゲンタラーシュトラーセ 7

審査官 宮田 和彦

(56)参考文献 特開平09-169920(JP, A)
特開平06-073670(JP, A)
特開平06-299474(JP, A)
特開平06-107961(JP, A)
特開平07-304981(JP, A)
特開平05-209134(JP, A)
特開平04-226569(JP, A)
欧州特許出願公開第00385120(EP, A1)
特開平07-097531(JP, A)
特開平01-206339(JP, A)
特開昭64-003187(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09B 19/02
C07D 498/04
C09D 11/00
D06P 1/40
CA/REGISTRY(STN)