[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl[7]
C09B 62/022
D06P 3/00 D06P 1/38
C09B 62/503 C09B 62/443

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 00816522.X

[45] 授权公告日 2004 年 12 月 29 日

[11] 授权公告号 CN 1182201C

[22] 申请日 2000.9.29 [21] 申请号 00816522.X
[30] 优先权
[32] 1999.10.1 [33] GB [31] 9923332.2
[86] 国际申请 PCT/US2000/026911 2000.9.29
[87] 国际公布 WO2001/025336 英 2001.4.12
[85] 进入国家阶段日期 2002.5.31
[71] 专利权人 北卡罗来纳大学
地址 美国北卡罗来纳州
[72] 发明人 戴维·M·刘易斯 何东卫
塔尔·I·尤萨夫
吉勒斯·Y·M·F·吉纳因
审查员 屠 忻

[74] 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所
代理人 贾静环 宋 莉

权利要求书 3 页 说明书 10 页

[54] 发明名称 活性染料化合物

[57] 摘要

活性染料化合物，含有：至少一个发色团部分；至少一个 $SO_2C_2H_4$ 基团，该基团通过 $SO_2C_2H_4$ 基团的硫原子直接或者通过连接基团 L 与发色团相连；其特征在于至少一个 $SO_2C_2H_4$ 基团在其末端碳原子上被至少一个 Y 基团取代，其中 Y 是膦酸酯或硼酸酯衍生物。本发明化合物均具有高上染率(E)、高固色值(F)和高效能值(T)，并且在降低排放物中的废染料、增加染料对底物的亲合力、增加染料－底物的共价结合、增加在室温下将底物染色的能力、减少染色后“皂洗脱过程”中除去的染料量并因此简化传统上与用纤维活性染料将棉染色相关的染色后“皂洗脱过程”以及减少将邻近白色织物的污染方面显示出明显的改善。此外，对于染色棉质底物，如上制备的化合物提供了更强的染色并需要较少量的盐。

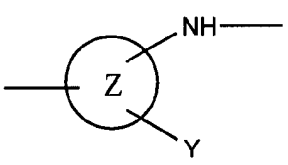
ISSN1008-4274

1. 活性染料化合物，含有：

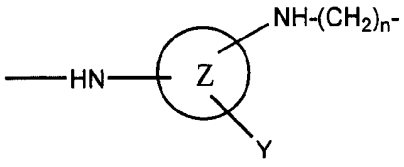
(a) 至少一个发色团部分；

(b) 至少一个 $SO_2C_2H_4$ 基团，该基团通过 $SO_2C_2H_4$ 基团的硫原子直接或者通过连接基团 L 与发色团相连，其中 L 是选自下列的连接基团：

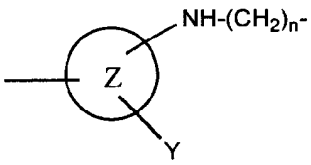
NH, $(CH_2)_n$, N-$(CH_2)_n$N, -$(CH_2)_n$-N, NR，其中 R 是 $C_1$-$C_4$ 烷基，



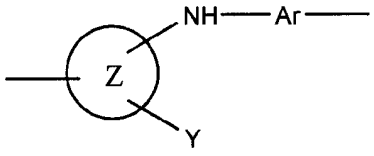
，



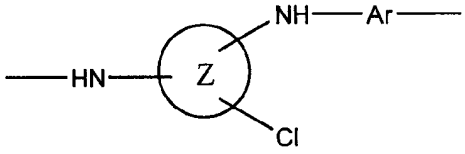
，



，



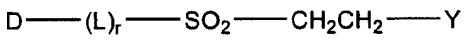
，




其中 Ar 是芳基，Y 衍生自乙酰基膦酸，Z 是选自三嗪、嘧啶、喹喔啉、嘧啶酮、酞嗪、哒酮和吡嗪的含氮杂环，n 是 1－4 的整数；

其特征在于至少一个 $SO_2C_2H_4$ 基团在其末端碳原子上被至少一个 Y 基团取代，其中 Y 衍生自乙酰基膦酸。

2. 具有式(I)的活性染料化合物及其盐：



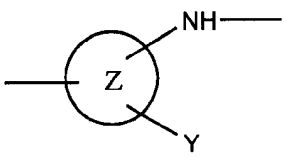
(I)

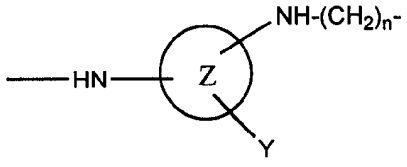
其中：D 是发色团；

r 是 0 或 1，

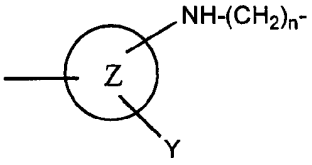
L 是选自下列的连接基团：

NH, $(CH_2)_n$, N-$(CH_2)_n$N, -$(CH_2)_n$-N, NR，其中 R 是 $C_1$-$C_4$ 烷基，

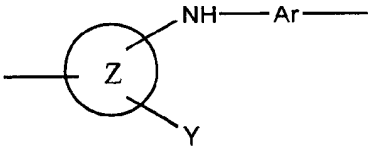


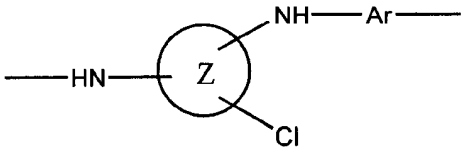
，


，



，



，



其中 Ar 是芳基，Y 衍生自乙酰基膦酸，Z 是选自三嗪、嘧啶、喹喔啉、嘧啶酮、酞嗪、哒酮和吡嗪的含氮杂环，n 是 1－4 的整数。

3. 权利要求 2 的活性染料化合物，其中 Ar 是苯基。

4. 权利要求 2 或 3 的活性染料化合物，其中 r 是 0。

5. 权利要求 1－4 中任何一项的化合物在染色纤维素底物中的用途。

6. 权利要求 5 的用途，其中所述纤维素底物为棉。

7. 权利要求 1－4 中任何一项的化合物在染色羊毛中的用途。

8. 权利要求 1－4 中任何一项的化合物在染色聚酰胺底物中的用途。

9. 权利要求 8 的用途，其中所述聚酰胺底物为尼龙。

10. 权利要求 1－4 中任何一项的化合物在染色丝中的用途。

11. 权利要求 1－4 中任何一项的化合物在染色角蛋白中的用途。

12. 权利要求 1－4 中任何一项的化合物在染色皮革中的用途。

13. 染料组合物，含有权利要求 1－4 中任何一项的化合物。

14. 权利要求 13 的染料组合物，其中该组合物为固体混合物形式，并且还含有酸缓冲剂。

15. 权利要求 13 的染料组合物，其中该组合物为液体形式，并且还含有水和酸缓冲剂。

16. 权利要求 13 的染料组合物，其中该组合物为浆状，并且还含有水、增稠剂和酸缓冲剂。

17. 权利要求 13－16 中任何一项的染料组合物，其中 pH 值为 2 至 3。

# 活性染料化合物

## 技术领域

本发明涉及活性染料化合物。特别地，本发明涉及具有改进的染浴上染率(Exhaustion, E)和改善的染料-纤维共价固色值(Fixation, F)的活性染料化合物。

## 发明背景

活性染料化合物在染色各种底物的领域中是已知的。所述底物包括例如蛋白质物质如角蛋白，例如头发、皮肤和指甲中以及动物体的各个部分如角、蹄和羽毛中的角蛋白，以及其他天然存在的含蛋白质的物质例如丝和糖衍生的物质如由纤维素或纤维素衍生物衍生的物质，例如天然产物如棉和合成纤维如聚酰胺。

现有技术公知的各种的这类活性染料的实例包括含有乙烯基砜基团或乙烯基砜前体基团的染料，例如以商品名 Remazol 购自 Dystar 的那些。

有许多不同类型的市售活性染料可用于染色纤维素类和聚酰胺类底物。但是，今天的纺织品染色工业仍然面临的一个严重的问题是，大量的染料物质在染色过程完成之后留在排放的废水中。该问题的工业量度标准已知为染浴的上染率(E)。对于具体染料化合物，高上染率意味着在染色过程完成后少量的废染料留在排放物中，而低上染率意味着大量的废染料留在排放物中。因此，非常清楚地是需要新的染料化合物，它们比市售的染料化合物具有更高的上染率，并且在降低废染料在排放水中的含量方面带来了有益效果。

与具有高上染率同样重要的是，染料化合物具有高染料-纤维共价固色值(F)。该活性染料化合物的固色值(F)是以染色过程中最初吸收的染料为基础，对与底物共价结合的程度的量度。因此，100%固色意味着 100%已被吸收的染料与底物共价结合。因此，非常清楚地是需要提供具有增加的固色值的染料化合物。高固色值可以使传统上与纤维活性染料化合物相关的染色后“ 皂洗脱过程” 简化。尤其是，高固色值可以减少花在“ 皂洗脱过程”

中的时间以及降低成本。

现在出人意料地发现一类新的纤维活性染料化合物具有显著增加的上染率(E)和固色值(F)，该纤维活性染料化合物衍生自乙烯砜染料及其前体例如氯乙基砜、硫酸根合乙基砜(sulphatoethylsulphone)、磷酸乙基砜(phosphoethylsulphone)和本领域中已知的其它嵌段的乙基砜，其中含有至少一个发色团、至少一个 $SO_2C_2H_4$ 基团和至少一个膦酸酯(phosphonate)取代基。这些染料可用于各种底物上。它们尤其适用于纤维素底物如棉，并且在降低排放物中废染料的含量、增加染料对底物的亲合力、增加染料-底物共价反应的效能和简化传统上与活性染料有关的染色后“皂洗脱过程”方面显示出明显的改善。此外，本发明的化合物提供了明显更强的染色作用，并且既可用于高温染色、又可用于低温染色，因此使染色过程的成本降低。此外，本发明化合物可以与用于纤维素底物染色的特定发色团结合使用，以使染色所需的盐的水平显著降低。

## 发明概述

本发明提供了活性染料化合物，该化合物含有:

(a) 至少一个发色团部分;

(b) 至少一个 $SO_2C_2H_4$ 基团，该基团通过 $SO_2C_2H_4$ 基团的硫原子直接或者通过连接基团 L 与发色团相连;

其特征在于至少一个 $SO_2C_2H_4$ 基团在其末端碳原子上被至少一个 Y 基团取代，其中 Y 是膦酸酯(phosphonate)或硼酸酯(borate)衍生物。优选的是，膦酸酯衍生物选自具有式-O-(P=O)(OH)R’ 的膦酸酯，其中 R’ 是任何适宜的亲核部分。

本发明化合物具有增加的上染率(E)、固色值(F)和效能(Efficiency, T)值，并且在减少排放物中废染料、增加染料对底物的亲合力、增加染料-底物共价反应的效能、在室温和升高的温度下进行大浴比染色过程的能力以及简化传统上与纤维活性染料相关的染色后“皂洗脱过程”方面有所改善。此外，本发明化合物提供了明显更强的染色，即在染色的底物上具有更大的着色强度，而没有对匀染性带来损害。本发明化合物与产物的典型上染率值为大于 95%。本发明化合物与产物的典型固色值为大于 95%。

发明详述

本文所用术语“活性染料”是指含有一个或多个能够与被染色底物形成共价键的活性基团的染料，或者就地(in situ)形成这样的活性基团的染料。

与活性染料相关的本文所用术语“上染率”是指在染色过程结束时、在漂洗和皂洗之前，从染料溶液中转移到所处理底物上的染料百分比。因此，100%上染率是指100%的染料从染料溶液中转移到底物上。

与活性染料相关的本文所用术语“固色值”是指以染色过程中最初吸收的染料为基础的与底物共价结合的染料百分数。因此，100%固色值是指100%所吸收的染料与底物共价结合。

活性染料的总效能可以由其效能值(T)测量，该效能值(T)可以使用下列等式而由上染率(E)和固色值(F)计算:

$$\%T = (FxE)/100$$

本发明化合物含有发色团、至少一个 $SO_2C_2H_4$ 基团和至少一个 Y 取代基，$SO_2C_2H_4$ 基团或者通过硫原子与发色团直接连接，或者通过连接基团 L 与发色团连接，其中 Y 取代基是膦酸酯或硼酸酯衍生物。

发色团部分

本发明的活性染料化合物可以含有一个或多个发色团(chromophoric moiety) (D)。在含有两个或多个发色团的活性染料化合物中，这些发色团可以相同或不同。优选的是，本发明的活性染料化合物含有 1－3 个发色团，优选 1 或 2 个，更优选 1 个。

任何适用于染色底物的发色团均可用于本发明。本文所用术语发色团是指任何光敏化合物，并且包括任何有色或无色的吸收光的化合物，例如荧光增白剂、紫外（UV）吸收剂、红外（IR）吸收染料。

适用于本发明染料化合物的发色团包括单偶氮染料、双偶氮染料或多偶氮染料的残余物，或者由其衍生的重金属复合偶氮染料的残余物，或者蒽醌、酞菁、甲臜、甲亚胺、二噁嗪、吩嗪、二苯乙烯、三苯甲烷、占吨(xanthene)、噻吨、硝基芳基(nitroaryl)、萘醌、芘醌(pyrenequinone)或苝四碳酰亚胺(perylenetetracarbimide)染料的残余物。

适用于本发明染料化合物的发色团包括 EP-A-0,735,107 (Ciba-Geigy，该专利引入本文作为参考)中所述的那些，包括其中所述的含有有机染料常用取代基例如磺酸基取代基的基团，这些取代基可以提高染料化合物的水

溶性。用于本发明的最优选的发色团 D 基团是多磺酸化偶氮发色团，例如在购自 BASF 的 Procion (RTM)染料、购自 Clariant 的 Drimalan (RTM)染料、购自 Clariant 的 Drimarene (RTM)染料以及购自 Dystar 的 Levafix (RTM)和 Remazol (RTM)染料中所含的那些。

取代基 Y

至少一个 $SO_2C_2H_4$ 基团的末端碳原子被至少一个 Y 基团取代，其中 Y 是膦酸酯或硼酸酯衍生物。

本发明特别优选的 Y 基团是衍生自多膦酸酯化合物的膦酸酯衍生物，其中优选具有式-O-(P=O)(OH)R'，式中 R' 是任何适宜的亲核部分。

用于本发明的合适的 R' 基团是含有至少一个亲核基团的烷基或芳基残基。本发明优选的是，R' 基团选自下列基团，其中每个基团被至少一个亲核基团取代或者含有至少一个亲核基团：取代或未取代的、直链或支链 $C_1$-$C_8$ 烷基；具有至少一个烯属基团的取代或未取代的、直链或支链 $C_2$-$C_8$ 链烯基；取代或未取代的、饱和或不饱和的或芳族 3-9 个原子的单环碳环，或者取代或未取代的、饱和或不饱和的或芳族 7-17 个原子的多环碳环；取代或未取代的、饱和或不饱和的或芳族 3-9 个原子单环杂环，或者取代或未取代的、饱和或不饱和的或芳族 7-17 个原子的多环杂环，其中所述杂环各含有一个或多个选自 O、N 或 S 的杂原子。

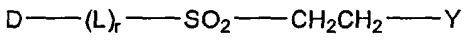
在上述 R' 的定义中，术语“取代”在使用时是指该取代可以是被一个或多个取代基取代。取代基包括，但不限于：在 C. Hansch 和 A. Leo 的 Substituent Constants for Correlation Analysis in Chemistry and Biology (1979) 中所列的那些，因此该文献引入本发明作为参考。优选的取代基包括，但不限于：烷基、链烯基、烷氧基、羟基、氧代(oxo)、氨基、氨基烷基(例如氨基甲基等)、氰基、卤素、羧基、烷氧基(乙)酰基(例如乙氧羰基等)、硫基(thio)、芳基、环烷基、杂芳基、杂环烷基(例如哌啶基、吗啉基、哌嗪基、吡咯烷基等)、亚氨基、硫代(thioxo)、羟烷基、芳氧基、芳烷基及其组合。

用于本发明的优选的 R' 基团包括，但不限于：$CF_3$、$(CH_2)_nSH$、$(CH_2)_nNH_2$、$CH(CH_3)OH$、$C(OH)(CH_2COOH)_2$、$CH_2C(OH)(CO_2H)CH_2COOH$、$(CH_2)_nNHR_1$、$CH_2NR_1R_2$、$CH_2NHNH_2$、$CH_2NHOH$、$CH_2SMe$、$CH(NH_2)(CH_2)_n(COOH)$、$CH(NH_2)CH_2SMe$、$CH(NH_2)CH_2SSCH_2CH(NH_2)COOH$、2-氨基苯基、2-羟基萘基、2-吡

咯烷基、$CH_2SSCH_2CO_3^-$、$(CH_2)_n$-$SO_3^-$、$CH(NH_2)CH_2SO_3H$、$C_6H_4OH$、$C_6H_4COOH$、$C_6H_4NH_2$、$C_5H_4N$、$(CH_2)_nC_5H_4N$、$CH(R\#)NH_2$、$(CH_2)_n$-$SSO_3^-$、$(CH_2)_n$-S-S-$(CH_2)_n$、-C(OH)(H)C(OH)(H)COOH、-C(OH)(H)$CH_2$COOH、-C(OH)(COOH)$CH_2$COOH、$CH_2$(H)(OH)COOH、羟基羧酸聚合的衍生物，例如在乳酸二聚的情况下，R' 是 $CH(CH_3)O(CO)CH(CH_3)OH$，R' 由肽或多肽衍生并且通过其末端羧基与杂环基相连，其中 $R_1$ 和 $R_2$ 独立地选自 $C_1$-$C_4$ 烷基，其中 n 是 1－4 的整数，在同一分子中 n 不一定是相同的整数并且其中 R#对应于氨基酸侧链。这类氨基酸的实例，参见 Graham Solomons 的“ Organic Chemistry”，5th Edition, Wiley, New York, 1992, p1094 - 1095。

本发明优选的 Y 基团衍生自乙酰二膦酸(aceto diphosphonic acid)，即 -O-PO(OH)C(OH)($CH_3$)-$PO(OH)_2$ 的基团。

本发明优选的活性染料化合物可以由下列式(I)及其盐类表示

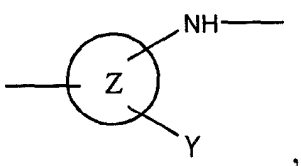



其中：D 是发色团；

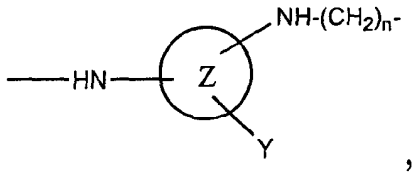
r 是 0 或 1，优选 0，

L 是选自下列的连接基团

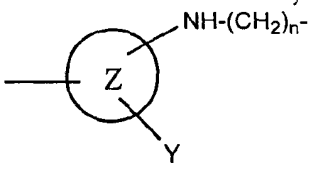
NH, $(CH_2)_n$, N-$(CH_2)_n$N, -$(CH_2)_n$-N, NR (R 是 $C_1$-$C_4$ 烷基),



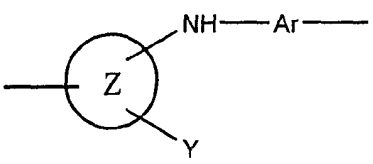

，



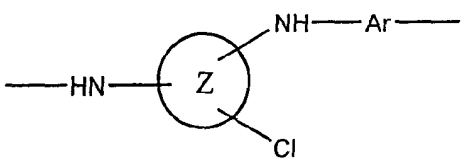

，




，




，




，

其中 Ar 是芳基、优选苯，Y 如上所定义，Z 是如下文所定义的含氮杂环。

适用于本发明的起始染料是乙烯砜染料，例如 Remazol Red RB、Remazol Yellow 3RS、Remazol Turquoise Blue G; 同时含有乙烯砜和含氮杂环官能团的染料，例如 Cibacron Red C2G、Cibacron Yellow C2R 和 Cibacron Blue CR; 同时含有乙烯砜和含氮杂环官能团并且另外含有苯基作为 L 连接基团一部分的染料，例如 Sumifix Supra Red 2BF 和 Sumifix Supra Yellow 3RF。这些起始染料可与含有合适 Y 基团如乙酰基二膦酸的化合物反应。

含氮杂环(Z)

用于本发明的合适的含氮杂环包括含有至少一个氮杂原子的单环、双环或多环不饱和杂环。当使用单环时，它们优选选自具有约 3 至约 7 个环原子、特别是 5 或 6 个环原子且含有约 1 至约 3 个氮杂原子、优选 2 或 3 个氮杂原子的不饱和环。当使用双环杂环时，它们优选包括与 5－7 元碳环、优选 6-元不饱和碳环稠合的含有 1 或 2 个氮原子且具有 3－7 个环原子的不饱和含氮杂环，优选具有 5 或 6 个环原子的不饱和含氮杂环。当使用双环杂环时，氧基羰基取代基优选与含氮杂环相连。

本发明优选使用的是含 2 或 3 个氮杂原子的 5 或 6 元不饱和含氮单环杂环或含有与 6 元不饱和碳环稠合的、含 2 个氮杂原子的 5 或 6 元不饱和杂环的双环。

适用于本发明的杂环的实例包括，但不一定限于：三嗪、嘧啶、喹喔啉、嘧啶酮(primidinone)、酞嗪(phthalazine)、哒酮和吡嗪。优选用于本发明化合物的是三嗪、嘧啶和喹喔啉。

本发明还涉及本发明染料的制备方法。通常，本发明染料是通过下列方法制备的，该方法包括以下步骤：将第一种原料（优选 1 摩尔）与第二种原料（优选 1 摩尔）反应，其中第一种原料含有至少一个发色团、至少一个通过 $SO_2C_2H_4$ 基团的硫原子直接与发色团相连或者通过连接基团（例如 Remazol 染料）与发色团相连的 $SO_2C_2H_4$ 基团，第二种原料是含有合适 Y 基团的化合物例如乙酰二膦酸。优选的是，在 pH 值为 2－8、优选 3－5 时使该反应进行数小时、优选 1－5 小时、更优选 2－3 小时。

本发明的式(I)化合物优选通过下列方法制备：将第一种原料（优选 1 摩尔）与第二种原料（优选 1 摩尔）反应，第一种原料含有如上定义的

D-$(L)_r$-$SO_2$-$CH_2CH_2$-基团(例如 Remazol dye，如购自 Dystar 的 Remazol Brill Blue RS)，第二种原料是含有 Y 基团例如乙酰基二膦酸的化合物。优选的是，该反应进行数小时（2－5 小时）。同样重要的是用数小时、优选约 1 至约 5 小时、更优选约 1 至约 3 小时滴加二膦酸。

根据反应条件（例如每一原料的用量、每一原料的形式），可以在终产物中得到不同染料化合物的混合物，如含有例如由进一步取代反应形成的产物、结构异构体等的混合物。

因此，本发明另一方面提供了通过本发明任一详述的方法可获得的产物。

尤其是，本发明提供了可通过下列方法得到的产物，该方法包括：将第一种原料（优选 1 摩尔）与第二种原料（优选 1 摩尔）反应，其中第一种原料含有至少一个发色团、至少一个通过 $SO_2C_2H_4$ 基团的硫原子直接与发色团相连或者通过连接基团（例如 Remazol 染料）与发色团相连的 $SO_2C_2H_4$ 基团，第二种原料是含有合适 Y 基团如乙酰二膦酸的化合物。优选的是，在 pH 值为 2－8、优选 3－5 使该反应进行数小时、优选 1－5 小时、更优选 2－3 小时。

本发明的染料化合物适用于染色(dye)和印刷(print)各种底物，例如丝、皮革、羊毛、聚酰胺纤维和聚氨酯、角蛋白纤维如头发，尤其是纤维素材料如天然纤维素纤维包括棉、亚麻和大麻等，纸，以及纤维素本身和再生纤维素，以及包含在混合织物如棉与聚酯或聚酰胺纤维的混合织物中的含羟基纤维。

本发明的染料化合物可以以各种方式施加和固定在底物上，特别地，是以固体混合物、染料水溶液和印染浆的形式应用。因此，本发明含有一种或多种本发明所述的染料化合物与任何适用于染料组合物的载体物质的染料组合物。

本发明优选的染料组合物含有酸性缓冲物质(acidic buffer material)。在本发明中可以使用任何适用于染料组合物的酸性缓冲剂，优选所述缓冲剂选自柠檬酸、苹果酸、富马酸、马来酸及其混合物。合适的缓冲剂的实例是混合磷酸盐缓冲剂。

当本发明的染料组合物为浆状时，优选的成分是增稠剂。在本发明中可以使用任何适用于活性染料组合物的增稠剂。

当染料组合物为水溶液或水凝胶/浆时，该染料组合物的 pH 值优选为

约2至约8，更优选为2至5，特别是2至3。

可以使用本发明染料的染色和印刷过程是公知的常规方法，并且已经广泛地描述于技术文献和专利文献中。本发明的染料化合物既适用于浸染法(大浴比法)、也适用于轧染法，因此将物品浸渍在含盐或不含盐的染料水溶液中，染料经用碱处理而固定或者在碱存在下固定，根据需要可进行加热。本发明的染料化合物还适用于冷轧卷堆染色法，之后使用初染机(pad-mangle)将该染料与碱一起施用，织物在轧辊上分批处理。经过在室温贮存数小时，可发生染料-纤维共价反应。或者，可以通过通入蒸汽的方法，使用 100-130$^0$C 的蒸汽使轧染或印刷的物品固色。 固色后，用冷和热水彻底漂洗染色或印刷物品，根据需要还可以加入用作分散剂和促进未固色部分扩散的试剂。

因此，本发明另一方面提供了本发明活性染料在染色和印刷底物例如棉、羊毛、尼龙、丝、角蛋白、毛发、皮革和纸等中的用途。通过在合适的 pH 值和温度条件下将一种或多种本发明的活性染料水溶液施加在需染色的底物上，本发明化合物可用于上面列出的所有底物的染色方法中。

下列实施例用于说明本发明的化合物和组合物。

下面实施例中给出的起始化合物和组分可以以游离酸或其盐的形式使用。如上所述，下面的实施例中得到的产物可以包括不同染料化合物的混合物。在下面的实施例中，所有原料均可以购买到。尤其是 Remazol 染料可购自 Dystar Textilfarben, GmbH & Co. (Deutschland KG, BU -R/F & E, Werk Hoechst, Building G834, D-65926 Frankfurt am Main, Germany)，并且 Sumifix 染料可购自 Sumitomo Chemical Co. Ltd. (3-1-98, Kasugade-naka, Konohana-ku, Osaka 554, Japan)。Cibacron 染料可购自 Ciba, Basle。

实施例 1

如下制备活性染料化合物。将0.005摩尔Remazol Brill Blue R Special染料溶于400ml烧瓶中的150ml蒸馏水中。调节反应体系的温度并使其保持在20℃。用固体碳酸钠将起始染料溶液的pH值调至5－5.5。将0.005摩尔乙酰二磷酸溶于50ml蒸馏水中。将该乙酰二磷酸溶液的pH值调至约4.5。将该乙酰二磷酸溶液缓慢地加到Remazol Brill Blue R Special染料的溶液中。控制添加速度使添加在大约2小时完成。在添加期间使反应体系的温度保持在20℃。乙酰二磷酸添加完毕后，使反应继续进行5－6小时。以反应体系的

pH值保持恒定超过5分钟指示反应的终点。此时得到最终的染料。然后用6N HCl使反应体系的pH值降至低于2.5以终止反应。然后向反应混合物中加入KSCN (约为总溶液的 25%)以使染料产物沉淀。再用Whatman滤纸过滤。然后将沉淀用丙酮洗涤5－6次(每次使用约50ml丙酮)，获得深蓝色细粉状的最终染料产物。

实施例 1 制备的标准深度的化合物均具有高上染率、高固色值，尤其是对于纤维素底物如棉更是如此，并且在降低排放物中的废染料、增加染料对底物的亲合力、增加染料-底物的共价结合、增加在室温染色的能力、减少染色后“皂洗脱过程”中除去的染料量并因此简化与传统的用纤维活性染料染色棉有关的染色后“皂洗脱过程”、以及减少将邻近白色织物污染方面显示出明显的改善。此外，对于染色棉质底物，如上制备的化合物提供了更强的染色并需要较少量的盐。这些优点可以通过下列实施例 2 和 3 证明。

实施例 2

按照实施例 1 制备的染料产物可用于采用下面详述的染色步骤染色棉。在进行棉染色步骤之后，还可以进行棉纤维的皂洗脱过程。

棉染色步骤

制备含有实施例 1 的染料化合物的染料水溶液。该染料溶液含有 1%以纤维质量为计的染料、80g/L $Na_2SO_4$和 5%以纤维质量为计的醋酸钠。将棉织物在水中湿透，然后在上述 pH 值为 7 的染浴中于 50℃将棉织物染色 15 分钟。然后在 pH 值为 11.5 的染浴中，加入 30g/L 磷酸三钠使染色的棉织物固色，并在 50℃继续染色 45 分钟。染色的织物用水漂洗。

在上述染色方法中，每一染料化合物的染浴几乎完全吸尽(即染色后在染浴中仅有微少的颜色)，表明按照实施例 1 制备的染料产物具有高上染率（97.31%）。上染率可以通过比较染色前后染浴液体的光吸收获得。

皂洗脱过程

然后可以通过在 100°C 用 Sandozine NIE (2g/L) (购自 Clariant (Switzerland) Ltd., R&D Dyestuffs, Post Box, Building 88/1007, CH-4002 Basel) 水溶液洗涤染色的织物进行 30 分钟的皂洗脱过程。在上述皂洗脱过程中，几乎没有颜料从织物上洗掉，得到几乎无色的皂洗液体，表明实施例 1 制备的染料化合物具有很高的染料-纤维共价结合程度和高固色值（通常

>95%)。

本发明染料的E、F和T值通常高于许多市售的原料。尤其是，本发明染料的F和T值明显高于那些市售的原料。

Co3（国际标准组织）耐洗牢度试验

染色的织物用含有ECE标准洗涤剂(Reference Detergent)(5g/ml)和碳酸钠(2g/ml)的水溶液在60°C洗涤30分钟。

在上述耐洗牢度试验中，没有显著的颜色从棉花纤维上洗掉，也没有发生将相邻的白色纤维污染的现象（使用由Society of Dyes and Colourists (Bradford, UK)提供的多纤维毗连带）。

实施例3

实施例1制备的染料产物可用于采用下面详述的染色方法染色尼龙或羊毛。在尼龙/羊毛染色步骤完成之后，可以在染色的织物上进行洗涤试验程序以测试染料化合物的耐洗牢度。

羊毛/尼龙染色步骤

将羊毛/尼龙织物浸泡在2% w/w Alcopol-O (购自Allied Colloids的40% w/w d-异辛基磺基-琥珀酸钠)溶液中。然后在100°C和pH值为3.5的条件下，在含有下列组成的染浴中将织物染色1小时：1.2%以纤维质量为计的实施例1制备的染料、5%以纤维质量为计的醋酸钠、1% Albegal B (购自Ciba)。然后用水漂洗染色的羊毛/尼龙织物。

在上述步骤中，实施例1制备的染料产物提供了强染色。

羊毛/尼龙织物的Co2 (ISO) 耐洗牢度试验步骤

染色的羊毛/尼龙织物用含有5g/L ECE标准洗涤剂（购自Society of Dyes and Colourists (Bradford, UK)）的水溶液在50℃洗涤45分钟。

在上述耐洗牢度试验中，没有显著的颜色从羊毛纤维上洗掉，也没有发生将相邻的白色纤维污染的现象（使用由SDC Bradford提供的多纤维毗连带）。