



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105001663 A

(43) 申请公布日 2015. 10. 28

(21) 申请号 201510407519. 6

(22) 申请日 2015. 07. 10

(71) 申请人 俞杏英

地址 312073 浙江省绍兴市马鞍镇新二村

申请人 俞啸天

(72) 发明人 俞杏英 俞啸天

(74) 专利代理机构 上海泰能知识产权代理事务

所 31233

代理人 黄志达

(51) Int. Cl.

C09B 29/08(2006. 01)

C09B 67/38(2006. 01)

C07C 245/08(2006. 01)

D06P 1/18(2006. 01)

D06P 3/54(2006. 01)

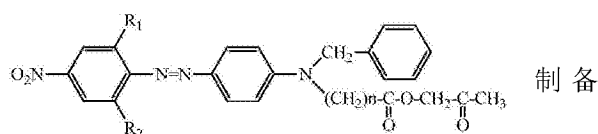
权利要求书2页 说明书10页 附图5页

(54) 发明名称

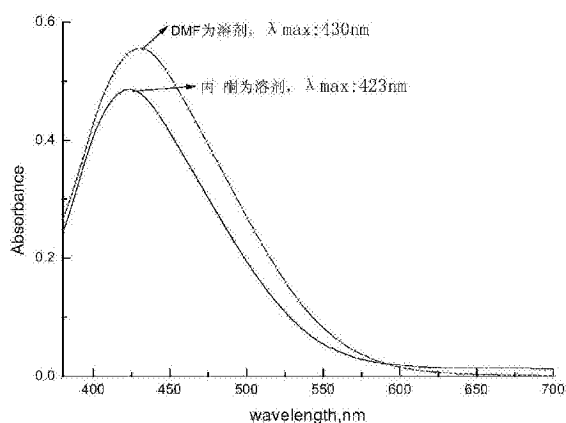
一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物及其制备和应用

(57) 摘要

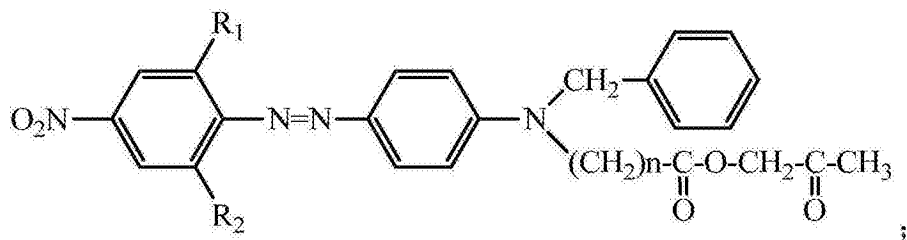
本发明涉及一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物及其制备和应用, 所述化合物结构通式如下:



方法包括:(1) 重氮盐的制备;(2) 偶合组分的制备;(3) 偶合反应。本发明染料合成工艺简单;对涤纶及醋酸纤维进行染色, 染色织物色相饱满;具有优异的各项牢度, 尤其是升华牢度, 可达5级, 具有良好的应用前景。



1. 一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物,其特征在于:所述化合物结构通式如下:



式中:

R_1 为 Cl、Br、H、 CH_3 、CN、 C_2H_5 、 OCH_3 或 OC_2H_5 ;

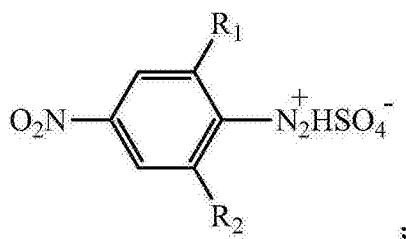
R_2 为 Cl、Br、H、 CH_3 、CN 或 NO_2 ;

$n = 1$ 或 2 。

2. 根据权利要求 1 所述的一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物,其特征在于: $R_1 = R_2 = Br$ 、 $R_1 = R_2 = Cl$ 或 $R_1 = Cl$ 、 $R_2 = Br$,所述分散染料为棕色; $R_1 = H$ 、 CH_3 、 C_2H_5 或 OCH_3 , $R_2 = H$ 或 CN,所述分散染料为红色; $R_1 = CN$, $R_2 = NO_2$,所述分散染料为蓝色; $R_1 = R_2 = CN$,所述分散染料为紫色。

3. 一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物的制备方法,包括:

(1) 室温下向硫酸中加入对硝基苯胺衍生物,滴入水,降温至 $10^\circ C$ 以下滴加亚硝酰硫酸,滴加完毕后搅拌下滴加至温度为 $0 \sim 4^\circ C$ 的浓硫酸与水的混合液中,保持此温度下反应 $2 \sim 4$ 小时,得到重氮组分;所述重氮组分为:

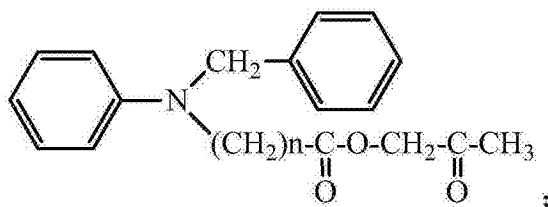


式中:

R_1 为 Cl、Br、H、 CH_3 、CN、 C_2H_5 、 OCH_3 或 OC_2H_5 ;

R_2 为 Cl、Br、H、 CH_3 、CN 或 NO_2 ;

(2) 在容器中,依次加入 N-苄基-N-乙酰基苯胺或 N-苄基-N-丙酰基苯胺、氯代丙酮及溶剂,并加入沸石,加热分水回流 $3 \sim 5$ 小时得到偶合组分;所述偶合组分为:



式中: $n = 1$ 或 2 ;

(3) 将步骤 (2) 得到的偶合组分溶解于乙酸中得到偶合组分的乙酸溶液,将乙酸溶液降温至 $0 \sim 5^\circ C$,向其中滴加步骤 (1) 中得到的重氮组分,保持此温度反应直至重氮组分消失;经过滤、水洗、烘干即得。

4. 根据权利要求3所述的一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中的硫酸质量分数为98%。

5. 根据权利要求3所述的一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中的亚硝酰硫酸与对硝基苯胺衍生物的摩尔比为1.02:1。

6. 根据权利要求3所述的一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物的制备方法,其特征在于:所述步骤(2)中的N-苄基-N-乙酰基苯胺或N-苄基-N-丙酸基苯胺、氯代丙酮及溶剂的摩尔比为1:1:5。

7. 根据权利要求3所述的一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物的制备方法,其特征在于:所述步骤(2)中的溶剂为甲苯。

8. 根据权利要求3所述的一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物的制备方法,其特征在于:所述步骤(3)中的偶合组分与重氮组分的摩尔比为1:1。

9. 一种如权利要求1所述的含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物的应用,其特征在于:所述分散染料化合物添加分散助剂,制成分散染料。

10. 根据权利要求9所述的一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物的应用,其特征在于:所述分散助剂为扩散剂 NNO、分散剂 MF、改性分散剂 MF 中的一种或两种。

一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物及其制备和应用

技术领域

[0001] 本发明属于分散染料化合物领域,特别涉及一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物及其制备和应用。

背景技术

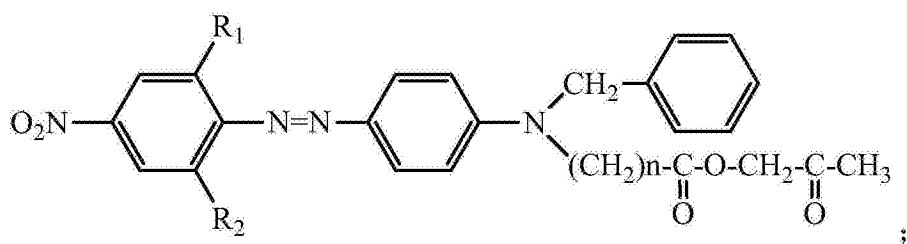
[0002] 分散染料是聚酯纤维染色最主要的染料品种,其中升华牢度又是评价分散染料染色质量的重要指标之一。很多商品化的分散染料,由于分子量普遍偏小,分子疏水性能强,与染色基质亲和能力低,导致印染后染色织物升华牢度低。目前,高升华牢度染料极少,不能满足市场对高升华牢度分散染料的要求。因此,市场上迫切需要研究开发高升华牢度分散染料新品种。

发明内容

[0003] 本发明所要解决的技术问题是提供一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物及其制备和应用,该分散染料化合物染料合成工艺简单;对涤纶及醋酸纤维进行染色,染色织物色相饱满;具有优异的各项牢度,尤其是升华牢度,可达 5 级,具有良好的应用前景。

[0004] 本发明的一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物,所述化合物结构通式如下:

[0005]



[0006] 式中:

[0007] R_1 为 Cl、Br、H、 CH_3 、CN、 C_2H_5 、 OCH_3 或 OC_2H_5 ;

[0008] R_2 为 Cl、Br、H、 CH_3 、CN 或 NO_2 ;

[0009] $n = 1$ 或 2 。

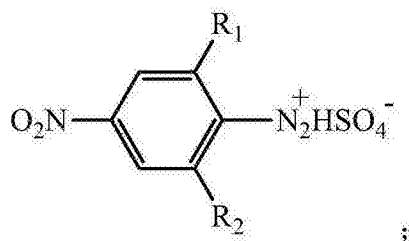
[0010] $R_1 = R_2 = Br$ 、 $R_1 = R_2 = Cl$ 或 $R_1 = Cl$ 、 $R_2 = Br$, 所述分散染料为棕色; $R_1 = H$ 、 CH_3 、 C_2H_5 或 OCH_3 、 $R_2 = H$ 或 CN, 所述分散染料为红色; $R_1 = CN$ 、 $R_2 = NO_2$, 所述分散染料为蓝色; $R_1 = R_2 = CN$, 所述分散染料为紫色。

[0011] 本发明的一种含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物的制备方法,包括:

[0012] (1) 室温下向硫酸中加入对硝基苯胺衍生物,滴入水,降温至 $10^\circ C$ 以下滴加亚硝酰硫酸,滴加完毕后搅拌下滴加至温度为 $0 \sim 4^\circ C$ 的浓硫酸与水的混合液中,保持此温度下

反应 2 ~ 4 小时,得到重氮组分;所述重氮组分为:

[0013]



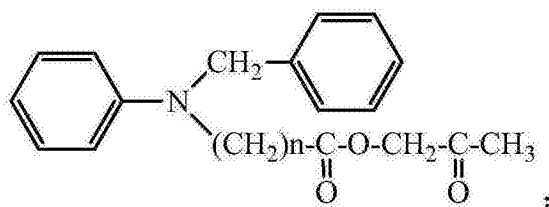
[0014] 式中:

[0015] R_1 为 Cl、Br、H、 CH_3 、CN、 C_2H_5 、 OCH_3 或 OC_2H_5 ;

[0016] R_2 为 Cl、Br、H、 CH_3 、CN 或 NO_2 ;

[0017] (2) 在容器中,依次加入 N- 苄基 -N- 乙氧基苯胺或 N- 苄基 -N- 丙氧基苯胺、氯代丙酮及溶剂,并加入沸石,加热分水回流 3 ~ 5 小时得到偶合组分;所述偶合组分为:

[0018]



[0019] 式中: $n = 1$ 或 2 ;

[0020] (3) 将步骤 (2) 得到的偶合组分溶解于乙酸中得到偶合组分的乙酸溶液,将乙酸溶液降温至 $0 \sim 5^\circ C$,向其中滴加步骤 (1) 中得到的重氮组分,保持此温度反应直至重氮组分消失;经过滤、水洗、烘干即得。

[0021] 所述步骤 (1) 中的硫酸质量分数为 98%。

[0022] 所述步骤 (1) 中的亚硝酰硫酸与对硝基苯胺衍生物的摩尔比为 1.02:1。

[0023] 所述步骤 (2) 中的 N- 苄基 -N- 乙氧基苯胺或 N- 苄基 -N- 丙氧基苯胺、氯代丙酮及溶剂的摩尔比为 1:1:5。

[0024] 所述步骤 (2) 中的溶剂为甲苯。

[0025] 所述步骤 (3) 中的偶合组分与重氮组分的摩尔比为 1:1。

[0026] 本发明的一种含 β - 羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物的应用,所述分散染料化合物添加分散助剂,制成分散染料。

[0027] 所述分散助剂为扩散剂 NNO、分散剂 MF、改性分散剂 MF 中的一种或两种。

[0028] 作为分散染料使用时,可以采用通式中一种化合物来制备的商品分散染料,也可以采用通式中两种或两种以上化合物的混合物来制备商品化的分散染料。无论是一种化合物还是两种或两种以上化合物的混合物来制备的分散染料,均具有优异的升华牢度。

[0029] 有益效果

[0030] 本发明染料合成工艺简单;对涤纶及醋酸纤维进行染色,染色织物色相饱满;具有优异的各项牢度,尤其是升华牢度,可达 5 级,上染率高,匀染性好,染色废水色度浅,具有良好的应用前景。

附图说明

- [0031] 图 1 为实施例 1 的可见吸收光谱；
 [0032] 图 2 为实施例 1 的红外光谱；
 [0033] 图 3 为实施例 1 的 $^1\text{H-NMR}$ 谱；
 [0034] 图 4 为实施例 1 ~ 3 的上染速率曲线；
 [0035] 图 5 为实施例 1 ~ 3 的上色速率曲线；
 [0036] 图 6 为实施例 1 ~ 3 的提升力曲线；
 [0037] 图 7 为实施例 4 ~ 6 的上染速率曲线；
 [0038] 图 8 为实施例 4 ~ 6 的上色速率曲线；
 [0039] 图 9 为实施例 4 ~ 6 的提升力曲线；
 [0040] 图 10 为实施例 19 的染色工艺图。

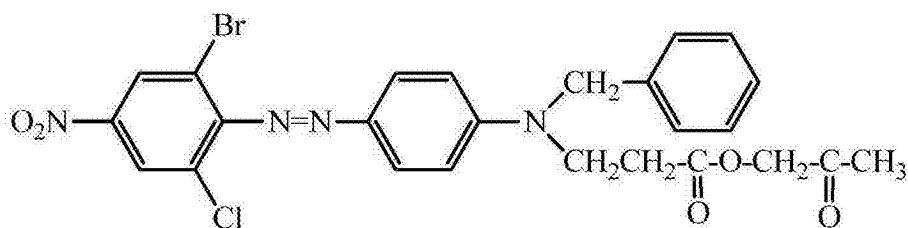
具体实施方式

[0041] 下面结合具体实施例,进一步阐述本发明。应理解,这些实施例仅用于说明本发明而并不用于限制本发明的范围。此外应理解,在阅读了本发明讲授的内容之后,本领域技术人员可以对本发明作各种改动或修改,这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的范围。

[0042] 实施例 1

[0043] 分子结构如下的分散染料化合物的合成制备：

[0044]



[0045] (1) 重氮盐的制备：

[0046] 在 100ml 三口烧瓶中加入 98% 的浓硫酸 20g, 搅拌下缓慢加入 0.01mol 的 2-氯-6-溴对硝基苯胺, 温度控制在 20℃, 缓慢向其中滴加 2g 水, 然后降温至 10℃ 以下加入 0.01mol 的亚硝酰硫酸。另取一个三口瓶, 加入 20g 水, 缓慢加入 98% 的浓硫酸 5g, 冰浴降温至 0℃, 然后将前述三口瓶中的混合物缓慢滴加至此三口瓶中, 保持温度在 0℃ 反应 2h, 得到重氮组分。

[0047] (2) 偶合组分的制备：在装有回流冷凝器、分水器及搅拌器的 100ml 三口瓶中, 依次加入 0.01mol N-苄基-N-丙酸基苯胺、0.01mol 氯丙酮及 100ml 溶剂并加入沸石, 加热分水回流 3 小时制得偶合组分。

[0048] (3) 偶合反应

[0049] 在另一个 500ml 烧瓶中加入冰醋酸 100ml, 加入上述制备的偶合组分, 冰浴降温至 5℃ 以下, 缓慢向体系中滴加重氮组分, 控制在 0 ~ 5℃ 反应直至重氮组分消失, 制得 β -羰基酯和苄基的化合物, 经过滤、水洗、烘干。获得在丙酮中最大吸收波长为 423nm 的棕色染料。

[0050] 取适量上述合成的分散染料化合物于无水乙醇中溶解,使染料重结晶,过滤,烘干得染料纯品。将此染料纯品做如下测试以确定其结构:采用日本日立公司 U-3310 型紫外可见光分光光度计测试其可见光吸收光谱;使用美国 Digital 公司 FTS-25PC 傅立叶红外光谱测定仪测试其红外光谱;使用 Bruker 公司 AV400 核磁共振波谱仪测定其氢核磁共振谱;采用德国 Elementar Vario EL III 型元素分析仪测试各染料的 C、H、N 元素的含量。以上测试均表明了所合成染料结构的正确性。元素分析结果如表 1 所示,可见吸收光谱、红外光谱、氢核磁共振谱如附图 1-3 所示。

[0051] 表 1 实施例 1 的 C、H、N 含量

[0052]

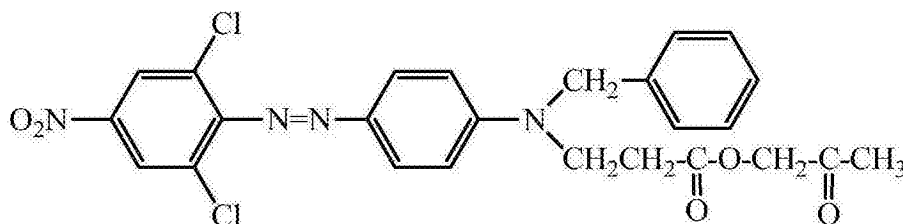
	C	H	N
理论含量	52.31%	3.84%	9.76%
实际含量	52.33	3.81	9.76

[0053] 将此化合物与扩散剂一起砂磨得到含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散棕染料。对涤纶进行染色,获得棕色染色织物,色光鲜艳,升华牢度达到 5 级。

[0054] 实施例 2

[0055] 分子结构如下的分散染料化合物的合成制备:

[0056]



[0057] (1) 重氮盐的制备:

[0058] 在 100ml 三口烧瓶中加入 98% 的浓硫酸 20g,搅拌下缓慢加入 0.01mol 的 2,6-二氯对硝基苯胺,温度控制在 20℃,缓慢向其中滴加 2g 水,然后降温至 10℃ 以下加入 0.01mol 的亚硝酸硫酸。另取一个三口瓶,加入 20g 水,缓慢加入 98% 的浓硫酸 5g,冰浴降温至 0℃,然后将前述三口瓶中的混合物缓慢滴加至此三口瓶中,保持温度在 0℃ 反应 2h,得到重氮组分。

[0059] (2) 偶合组分的制备:在装有回流冷凝器、分水器及搅拌器的 100ml 三口瓶中,依次加入 0.01mol N-苄基-N-丙酸基苯胺、0.01mol 氯丙酮及 100ml 溶剂并加入沸石,加热分水回流 3 小时制得偶合组分。

[0060] (3) 偶合反应

[0061] 在另一个 500ml 烧瓶中加入冰醋酸 100ml,加入上述制备的偶合组分,冰浴降温至 5℃ 以下,缓慢向体系中滴加重氮组分,控制在 0 ~ 5℃ 反应直至重氮组分消失,制得 β -羰基酯和苄基的化合物,经过滤、水洗、烘干。可见吸收光谱、红外光谱、氢核磁共振谱及元素分析验证了此化合物结构的正确性。

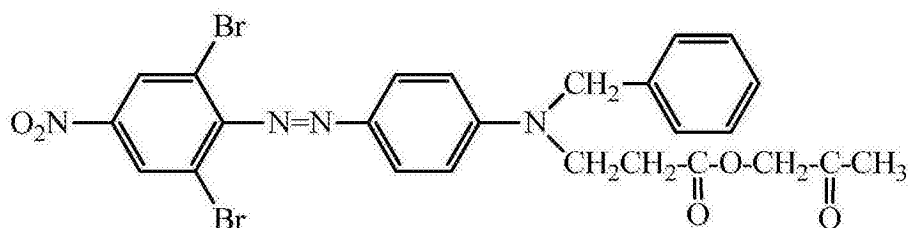
[0062] 将此化合物与扩散剂一起砂磨得到 β -羰基酯和苄基的高升华牢度分散棕染料。

对涤纶进行染色,获得棕色染色织物,色光鲜艳,升华牢度达到 5 级。

[0063] 实施例 3

[0064] 分子结构如下的分散染料化合物的合成制备:

[0065]



[0066] (1) 重氮盐的制备:

[0067] 在 100ml 三口烧瓶中加入 98% 的浓硫酸 20g, 搅拌下缓慢加入 0.01mol 的 2,6-二溴对硝基苯胺, 温度控制在 20℃, 缓慢向其中滴加 2g 水, 然后降温至 10℃ 以下加入 0.01mol 的亚硝酸硫酸。另取一个三口瓶, 加入 20g 水, 缓慢加入 98% 的浓硫酸 5g, 冰浴降温至 0℃, 然后将前述三口瓶中的混合物缓慢滴加至此三口瓶中, 保持温度在 0℃ 反应 2h, 得到重氮组分。

[0068] (2) 偶合组分的制备: 在装有回流冷凝器、分水器及搅拌器的 100ml 三口瓶中, 依次加入 0.01mol N-苄基-N-丙酸基苯胺、0.01mol 氯丙酮及 100ml 溶剂并加入沸石, 加热分水回流 3 小时制得偶合组分。

[0069] (3) 偶合反应

[0070] 在另一个 500ml 烧瓶中加入冰醋酸 100ml, 加入上述制备的偶合组分, 冰浴降温至 5℃ 以下, 缓慢向体系中滴加重氮组分, 控制在 0 ~ 5℃ 反应直至重氮组分消失, 制得 β-羰基酯和苄基的化合物, 经过滤、水洗、烘干。

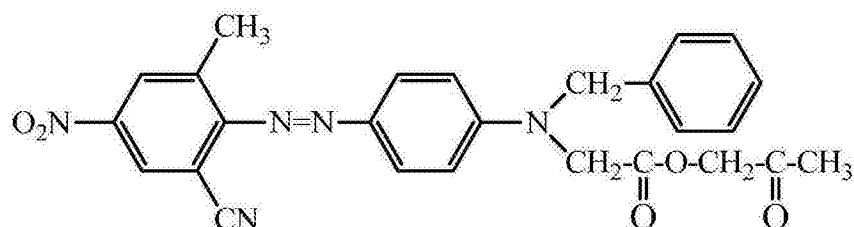
[0071] 可见吸收光谱、红外光谱、氢核磁共振谱及元素分析验证了此化合物结构的正确性。

[0072] 将此化合物与扩散剂一起砂磨得到 β-羰基酯和苄基的高升华牢度分散棕染料。对涤纶进行染色, 获得棕色染色织物, 色光鲜艳, 升华牢度达到 5 级。

[0073] 实施例 4

[0074] 分子结构如下的分散染料化合物的合成制备:

[0075]



[0076] (1) 重氮盐的制备:

[0077] 在 100ml 三口烧瓶中加入 98% 的浓硫酸 20g, 搅拌下缓慢加入 0.01mol 的 2-甲基-6-氰基对硝基苯胺, 温度控制在 20℃, 缓慢向其中滴加 2g 水, 然后降温至 10℃ 以下加入 0.01mol 的亚硝酸硫酸。另取一个三口瓶, 加入 20g 水, 缓慢加入 98% 的浓硫酸 5g, 冰浴降温至 0℃, 然后将前述三口瓶中的混合物缓慢滴加至此三口瓶中, 保持温度在 0℃ 反应

2h,得到重氮组分。

[0078] (2) 偶合组分的制备:在装有回流冷凝器、分水器及搅拌器的 100ml 三口瓶中,依次加入 0.01mol N-苄基-N-乙羰基苯胺、0.01mol 氯丙酮及 100ml 溶剂并加入沸石,加热分水回流 3 小时制得偶合组分。

[0079] (3) 偶合反应

[0080] 在另一个 500ml 烧瓶中加入冰醋酸 100ml,加入上述制备的偶合组分,冰浴降温至 5℃ 以下,缓慢向体系中滴加重氮组分,控制在 0 ~ 5℃ 反应直至重氮组分消失,制得 β-羰基酯和苄基的化合物,经过滤、水洗、烘干。

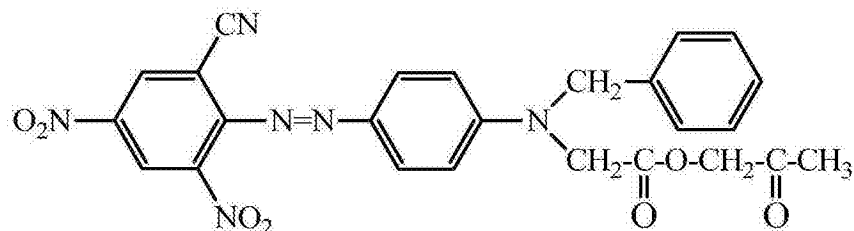
[0081] 可见吸收光谱、红外光谱、氢核磁共振谱及元素分析验证了此化合物结构的正确性。

[0082] 将此化合物与扩散剂一起砂磨得到含 β-羰基酯和苄基结构的高升华牢度红色分散染料。对涤纶进行染色,获得红色染色织物,色光鲜艳,升华牢度达到 5 级。

[0083] 实施例 5

[0084] 分子结构如下的分散染料化合物的合成制备:

[0085]



[0086] (1) 重氮盐的制备:

[0087] 在 100ml 三口烧瓶中加入 98% 的浓硫酸 20g,搅拌下缓慢加入 0.01mol 的 2-氰基-6-硝基对硝基苯胺,温度控制在 20℃,缓慢向其中滴加 2g 水,然后降温至 10℃ 以下加入 0.01mol 的亚硝酰硫酸。另取一个三口瓶,加入 20g 水,缓慢加入 98% 的浓硫酸 5g,冰浴降温至 0℃,然后将前述三口瓶中的混合物缓慢滴加至此三口瓶中,保持温度在 0℃ 反应 2h,得到重氮组分。

[0088] (2) 偶合组分的制备:在装有回流冷凝器、分水器及搅拌器的 100ml 三口瓶中,依次加入 0.01mol N-苄基-N-乙羰基苯胺、0.01mol 氯丙酮及 100ml 溶剂并加入沸石,加热分水回流 3 小时制得偶合组分。

[0089] (3) 偶合反应

[0090] 在另一个 500ml 烧瓶中加入冰醋酸 100ml,加入上述制备的偶合组分,冰浴降温至 5℃ 以下,缓慢向体系中滴加重氮组分,控制在 0 ~ 5℃ 反应直至重氮组分消失,制得 β-羰基酯和苄基的化合物,经过滤、水洗、烘干。

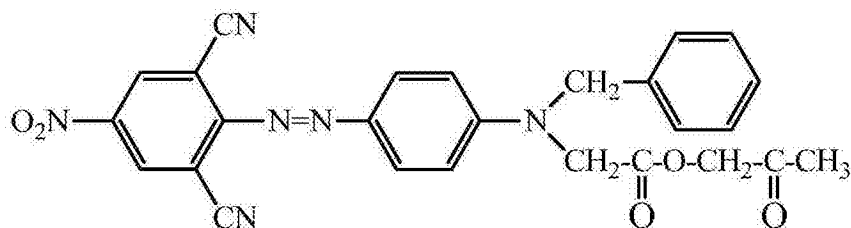
[0091] 可见吸收光谱、红外光谱、氢核磁共振谱及元素分析验证了此化合物结构的正确性。

[0092] 将此化合物与扩散剂一起砂磨得到含 β-羰基酯和苄基结构的高升华牢度蓝色分散染料。对涤纶进行染色,获得蓝色染色织物,色光鲜艳,升华牢度达到 5 级。

[0093] 实施例 6

[0094] 分子结构如下的分散染料化合物的合成制备:

[0095]



[0096] (1) 重氮盐的制备：

[0097] 在 100ml 三口烧瓶中加入 98% 的浓硫酸 20g，搅拌下缓慢加入 0.01mol 的 2,6-二氰基对硝基苯胺，温度控制在 20℃，缓慢向其中滴加 2g 水，然后降温至 10℃ 以下加入 0.01mol 的亚硝酰硫酸。另取一个三口瓶，加入 20g 水，缓慢加入 98% 的浓硫酸 5g，冰浴降温至 0℃，然后将前述三口瓶中的混合物缓慢滴加至此三口瓶中，保持温度在 0℃ 反应 2h，得到重氮组分。

[0098] (2) 偶合组分的制备：在装有回流冷凝器、分水器及搅拌器的 100ml 三口瓶中，依次加入 0.01mol N-苄基-N-乙酰基苯胺、0.01mol 氯丙酮及 100ml 溶剂并加入沸石，加热分水回流 3 小时制得偶合组分。

[0099] (3) 偶合反应

[0100] 在另一个 500ml 烧瓶中加入冰醋酸 100ml，加入上述制备的偶合组分，冰浴降温至 5℃ 以下，缓慢向体系中滴加重氮组分，控制在 0～5℃ 反应直至重氮组分消失，制得 β-羰基酯和苄基的化合物，经过滤、水洗、烘干。

[0101] 可见吸收光谱、红外光谱、氢核磁共振谱及元素分析验证了此化合物结构的正确性。

[0102] 将此化合物与扩散剂一起砂磨得到含 β-羰基酯和苄基结构的高升华牢度紫色分散染料。对涤纶进行染色，获得紫色染色织物，色光鲜艳，升华牢度达到 5 级。

[0103] 实施例 7～18

[0104] 在各实施例中，用与实施例 1～6 类似的方法，合成一系列含 β-羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料，各染料的结构及色光见表 2。

[0105] 表 2 含 β-羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料的结构

[0106]

实施例	R ₁	R ₂	n	色光
7	-Cl	-Br	1	棕色
8	-Cl	-Cl	1	棕色
9	-Br	-Br	1	棕色
10	-H	-CN	1	红色
11	-H	-H	2	红色

12	-CH ₃	-CN	2	红色
13	-C ₂ H ₅	-CN	1	红色
14	-C ₂ H ₅	-CN	2	红色
15	-OCH ₃	-CN	1	红色
16	-OCH ₃	-CN	2	红色
17	-CN	-NO ₂	2	蓝色
18	-CN	-CN	2	紫色

[0107] 实施例 19

[0108] 将实施例 1 ~ 3 得到的含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散棕染料化合物与扩散剂 NNO 混合, 砂磨干燥, 得到棕色分散染料。

[0109] 在间歇式染色设备上, 如高温高压喷射染色机, 将经退浆的涤纶织物放入酸性染色浴中 (浴比 1:15), 直接加入 2% (o. w. f) 的分散染料和与 0.1% 的高温匀染剂, 加入适量醋酸调节染液 pH 值为 4-5, 按图 10 所示工艺染色, 得到鲜艳的棕色涤纶染色织物。测试染料的上染率及上色率曲线, 分别如附图 4、5 所示。

[0110] 实施例 20

[0111] 将实施例 1 ~ 3 得到的 β -羰基酯和苄基的高升华牢度分散棕染料化合物与改性分散剂 MF 混合, 砂磨干燥, 得到棕色分散染料。

[0112] 在间歇式染色设备上, 如高温高压喷射染色机, 将经退浆的涤纶织物放入酸性染色浴中 (浴比 1:15), 直接加入 0.5%、1%、2%、3%、5%、8%、10%、12% (o. w. f) 的分散染料和适量的高温匀染剂, 加入适量醋酸调节染液 pH 值为 4-5, 按实施例 19 的工艺染色, 测试染料的提升力曲线, 结果如附图 6 所示。

[0113] 实施例 21

[0114] 将实施例 4 ~ 6 得到的含 β -羰基酯和苄基结构的高升华牢度分散染料化合物与扩散剂 NNO 混合, 砂磨干燥, 分别得到红色、蓝色、紫色分散染料。

[0115] 在间歇式染色设备上, 如高温高压喷射染色机, 将经退浆的涤纶织物放入酸性染色浴中 (浴比 1:15), 直接加入 2% (o. w. f) 的分散染料和与 0.1% 的高温匀染剂, 加入适量醋酸调节染液 pH 值为 4-5, 实施例 19 所示工艺染色, 分别得到鲜艳的红色、蓝色、紫色涤纶染色织物。测试染料的上染率及上色率曲线, 分别如附图 7、8 所示。

[0116] 实施例 22

[0117] 将实施例 4 ~ 6 得到的 β -羰基酯和苄基的高升华牢度分散染料化合物与改性分散剂 MF 混合, 砂磨干燥, 分别得到红色、蓝色、紫色分散染料。

[0118] 在间歇式染色设备上, 如高温高压喷射染色机, 将经退浆的涤纶织物放入酸性染色浴中 (浴比 1:15), 直接加入 0.5%、1%、2%、3%、5%、8%、10%、12% (o. w. f) 的分散染料和适量的高温匀染剂, 加入适量醋酸调节染液 pH 值为 4-5, 按实施例 19 的工艺染色, 测试染料的提升力曲线, 结果如附图 9 所示。

[0119] 实施例 23

[0120] 分别按照 GB/T3920-2008《纺织品色牢度试验耐摩擦色牢度》、AATCC61/2003《测试程序 1A 及 2A 及 3A 耐家用及商用洗烫色牢度：加速的》、GB/T8427-2008《纺织品色牢度试验耐人造光色牢度：氙弧》及 GB/T6152-1997《纺织品色牢度实验耐热压色牢度》的有关规定测试实施例 1~10 的耐摩擦色牢度、耐水洗色牢度、耐日晒色牢度及耐升华色牢度。结果如表 3、表 4 所示。

[0121] 表 3 染色织物的耐摩擦、水洗色牢度

[0122]

染料	摩擦牢度 (级)		水洗牢度 (级)					
	干	湿	醋酯	棉	尼龙	聚酯	腈纶	羊毛
实施例 1	4	4-5	4-5	5	4-5	4	5	4
实施例 2	5	5	4	5	4	3-4	5	4
实施例 3	4-5	4-5	4	4-5	4	3	4	3-4
实施例 4	4	4-5	4	5	4	3-4	5	4
实施例 5	4-5	5	4-5	5	4	4	5	4
实施例 6	4-5	5	4	5	4	4	5	4
实施例 7	4-5	5	4	5	4	4	5	4
实施例 8	4-5	4-5	4-5	4-5	4	3	4	3-4
实施例 9	5	5	4	5	4	3-4	5	4
实施例 10	4-5	5	4-5	5	4	4	5	4

[0123] 表 4 染色织物的耐日晒、升华牢度

[0124]

染料	日晒牢度 (级)		升华牢度 (级)					
	0.3%	1%	醋酯	棉	尼龙	聚酯	腈纶	羊毛
实施例 1	4	5	5	5	5	5	5	5
实施例 2	4	4-5	4-5	5	5	5	5	5
实施例 3	5	5	5	5	4-5	5	5	5

[0125]

实施例 4	4-5	5	5	5	5	5	5	5
实施例 5	4-5	5	5	5	4-5	5	5	5
实施例 6	5	5	4-5	5	4-5	5	5	5
实施例 7	4	5	4-5	5	5	5	5	5
实施例 8	4-5	5	5	5	4-5	5	5	5
实施例 9	4-5	5	4-5	5	5	5	5	5
实施例 10	4	4-5	5	5	4-5	5	5	5

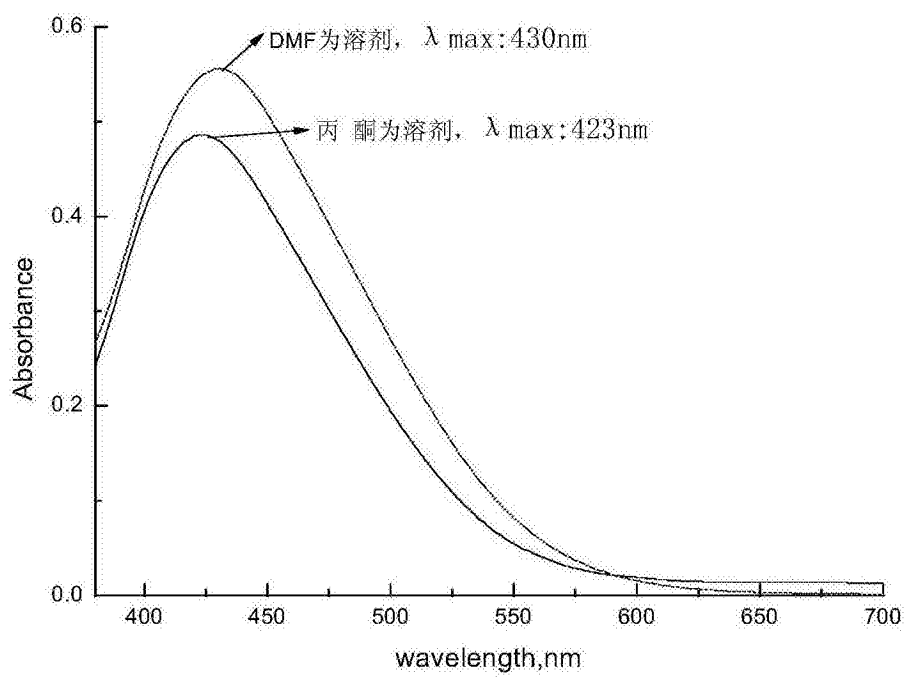


图 1

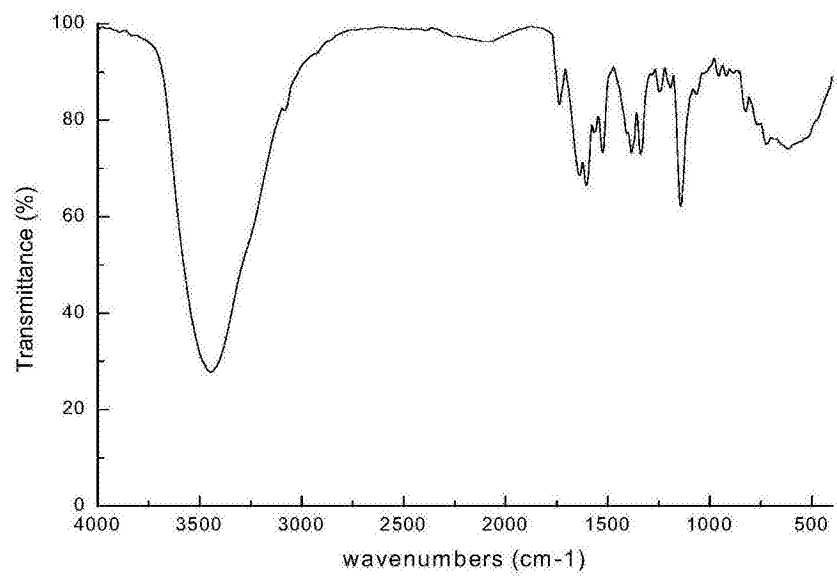


图 2

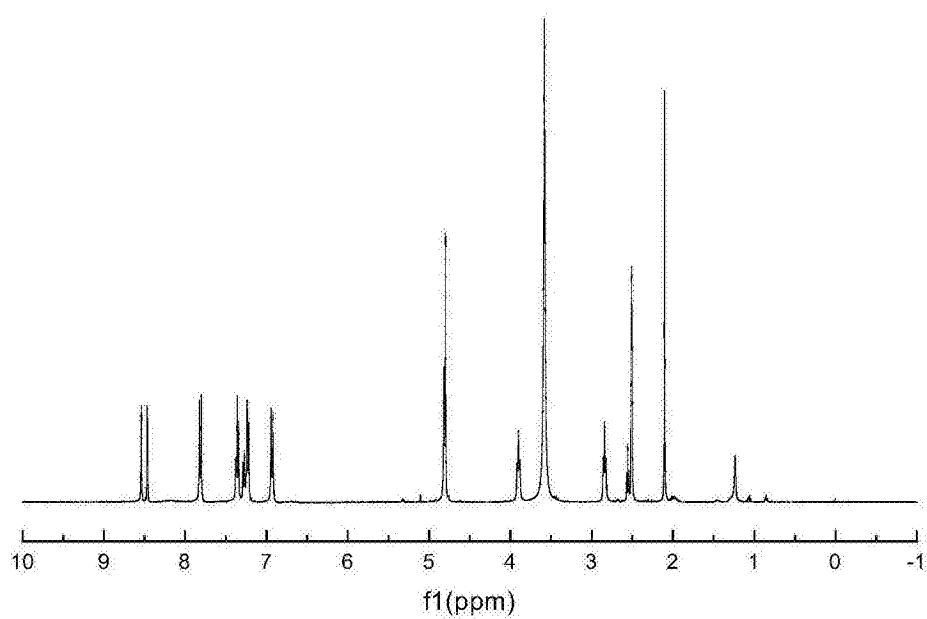


图 3

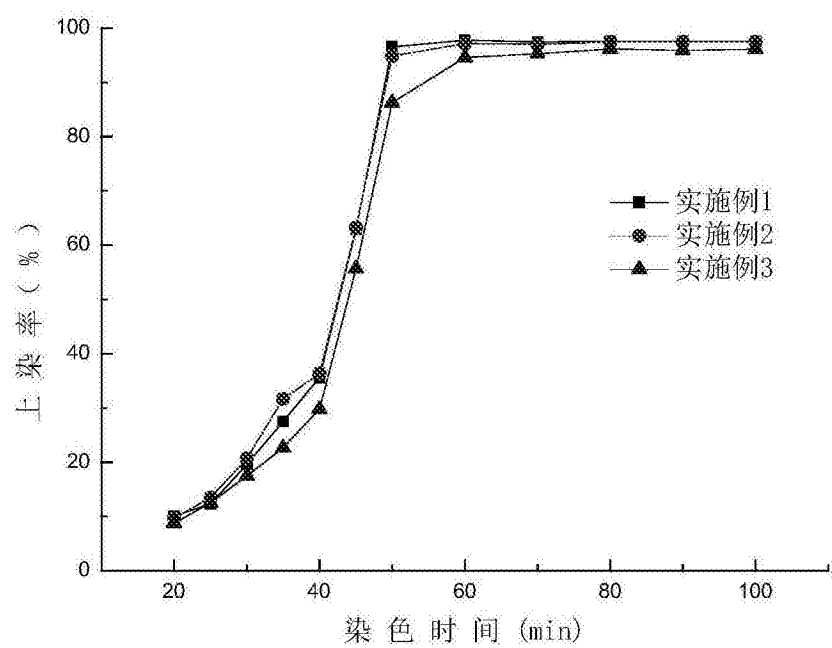


图 4

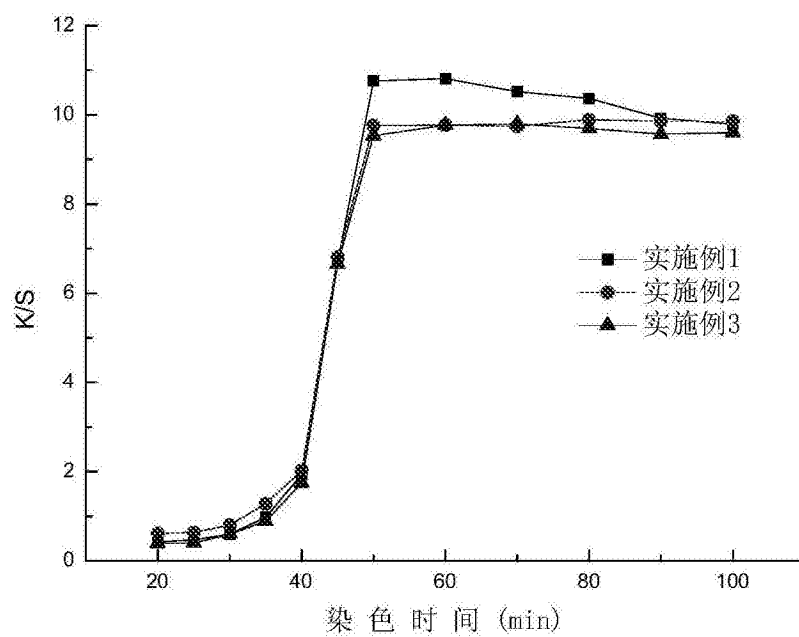


图 5

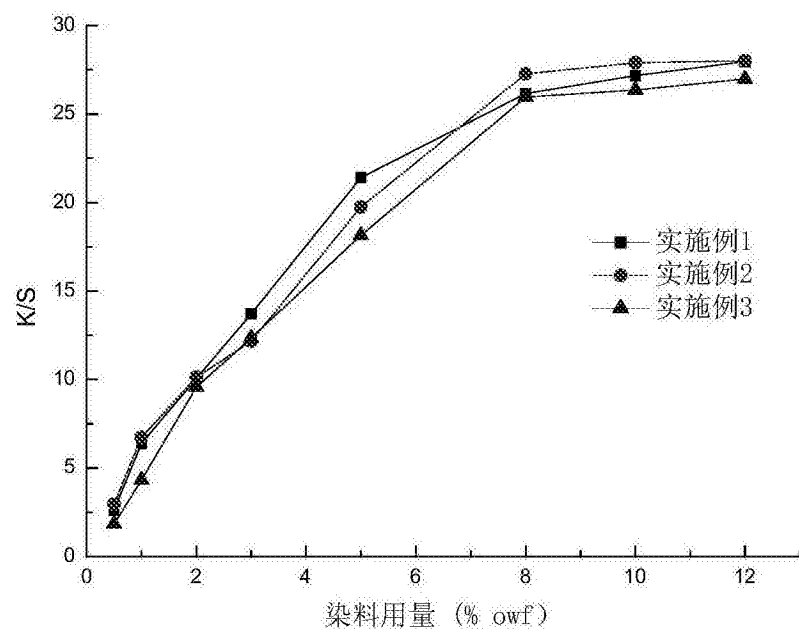


图 6

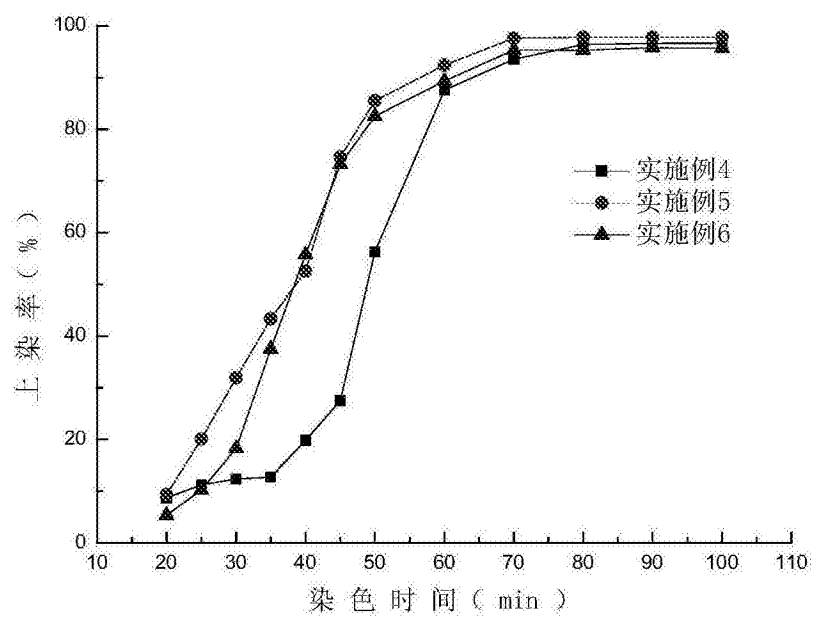


图 7

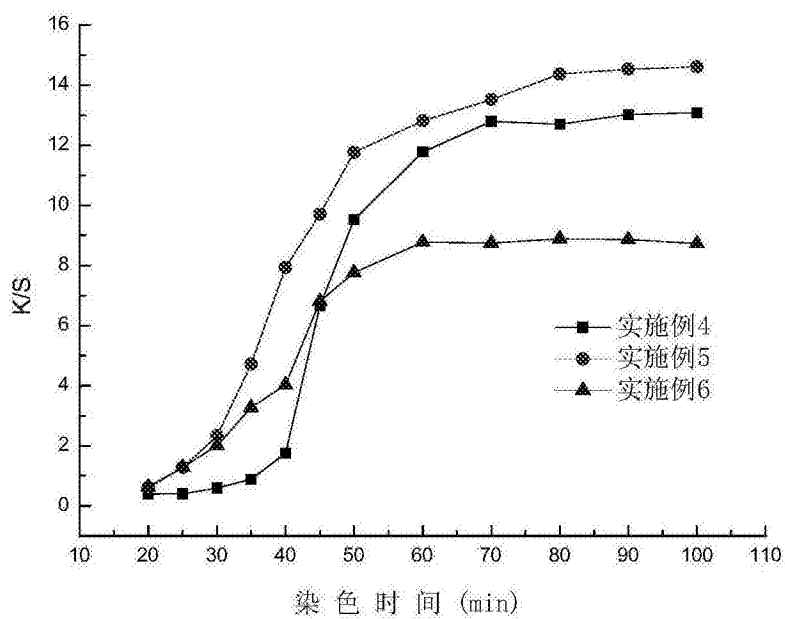


图 8

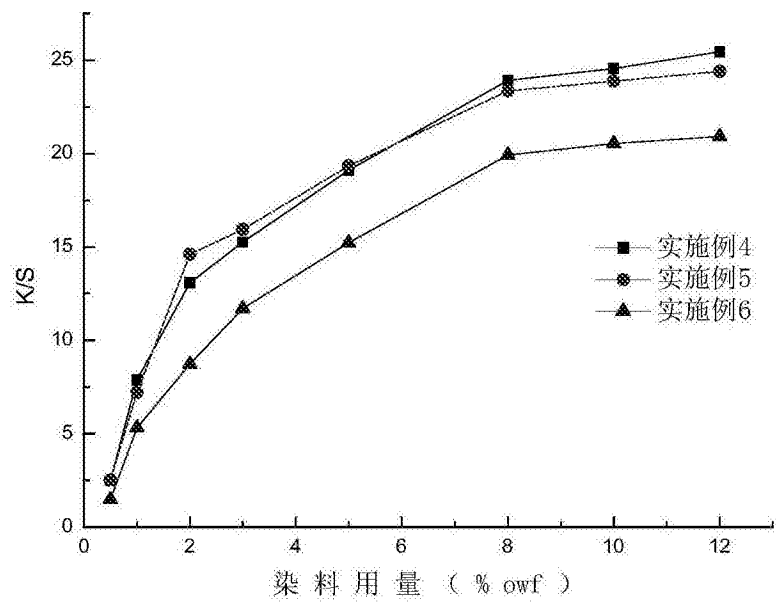


图 9

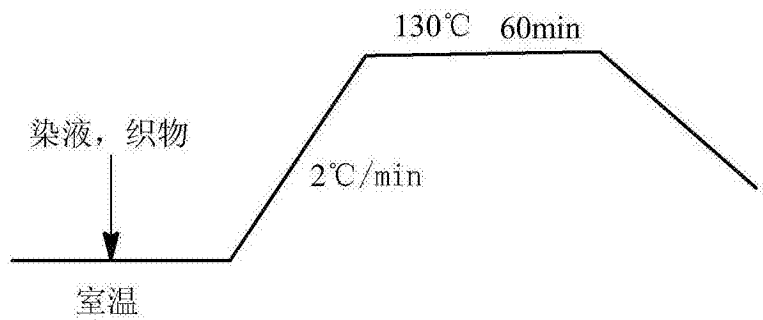


图 10