



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0081932
(43) 공개일자 2025년06월05일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09B 29/42 (2006.01) C07D 213/85 (2006.01)
D06P 1/04 (2006.01) D06P 1/94 (2006.01)
D06P 3/79 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C09B 29/3617 (2013.01)
C07D 213/85 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2025-7015098
- (22) 출원일자(국제) 2023년12월08일
심사청구일자 2025년05월08일
- (85) 번역문제출일자 2025년05월08일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2023/043952
- (87) 국제공개번호 WO 2024/122628
국제공개일자 2024년06월13일
- (30) 우선권주장
JP-P-2022-196594 2022년12월08일 일본(JP)

- (71) 출원인
기와 가가쿠 고교 가부시키키가이샤
일본국 와카야마켄 와카야마시 미나미타나베초 33
- (72) 발명자
마쓰모토 도시아키
일본 와카야마켄 와카야마시 오마쓰초 6초메 24
기와 가가쿠 고교 가부시키키가이샤내 오마쓰 고쥬
내
고바야시 이쓰키
일본 와카야마켄 와카야마시 오마쓰초 6초메 24
기와 가가쿠 고교 가부시키키가이샤내 오마쓰 고쥬
내
스기무라 료지
일본 와카야마켄 와카야마시 오마쓰초 6초메 15-4
기와 가가쿠 고교 가부시키키가이샤내 오마쓰 겐큐
쇼내
- (74) 대리인
유미특허법인

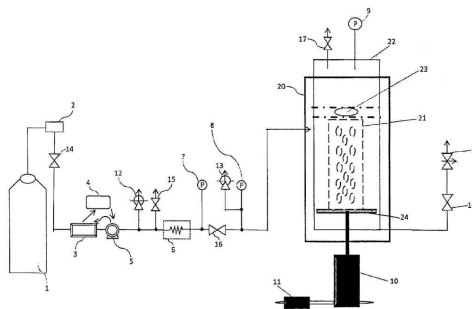
전체 청구항 수 : 총 26 항

(54) 발명의 명칭 초임계 이산화탄소를 이용하여 폴리올레핀 섬유를 염색하기 위한 염료

(57) 요약

폴리올레핀 섬유를 고농도의 황색으로 염색할 수 있고, 또한 염색물의 내광, 승화, 세탁 등의 염색 견뢰성이 우수한, 초임계 이산화탄소를 이용하여 폴리올레핀 섬유를 염색하기 위한 염료, 초임계 이산화탄소를 이용한 폴리올레핀 섬유의 염색 방법, 그 염색 방법에 의해 염색된 폴리올레핀 섬유, 및 화합물을 제공하는 것을 과제로 한다. 식(I)의 화합물 중 적어도 하나를 포함하는, 초임계 이산화탄소를 이용하여 폴리올레핀 섬유를 염색하기 위한 염료, 초임계 이산화탄소를 이용한 폴리올레핀 섬유의 염색 방법, 그 염색 방법에 의해 염색된 폴리올레핀 섬유, 및 화합물을 제공한다.

대표도



(52) CPC특허분류

D06P 1/04 (2013.01)

D06P 1/94 (2013.01)

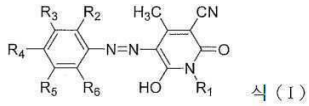
D06P 3/79 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

하기 일반식(I)의 화합물을 포함하는, 초임계 이산화탄소를 이용하여 폴리올레핀 섬유를 염색하기 위한 염료:



[상기 식(I) 중,

R₁은, 탄소수 8 내지 14의 알킬기를 나타내고,

R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타냄].

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 식(I)의 화합물로서, R₁이 탄소수 8의 알킬기를 나타내고, R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆이 모두 수소 원자를 나타내는 화합물을 제외하는, 염료.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 식(I) 중, R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆이 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나인, 염료.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 식(I) 중, R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆이 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나인, 염료.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 식(I) 중, R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆이 각각 독립적으로, 수소 원자 및 탄소수 1 내지 8의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는, 염료.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 식(I) 중, R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆이 각각 독립적으로, 수소 원자 및 탄소수 1 내지 4의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는, 염료.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 9 내지 14의 알킬기를 나타내고,

R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자 및 탄소수 1 내지 8의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는, 염료.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 8 내지 14의 알킬기를 나타내고,

R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되고,

R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 중 적어도 하나가 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인, 염료.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 8 내지 12의 알킬기를 나타내고,

R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되고,

R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 중 적어도 하나가 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인, 염료.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 8 내지 10의 알킬기를 나타내고,

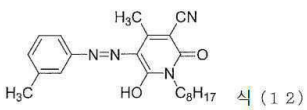
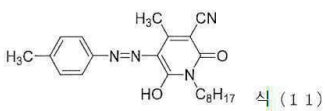
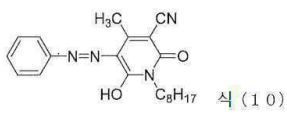
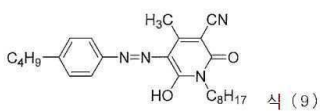
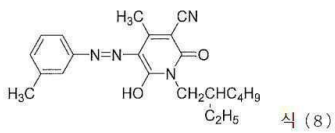
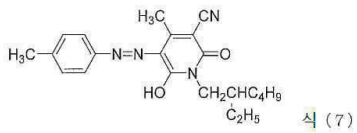
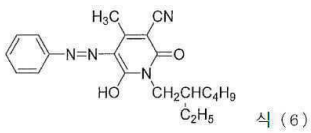
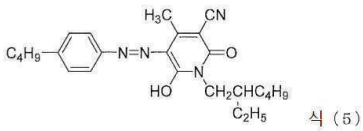
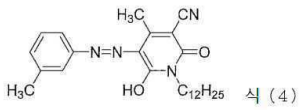
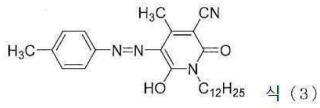
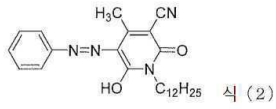
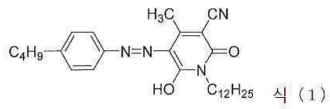
R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되고,

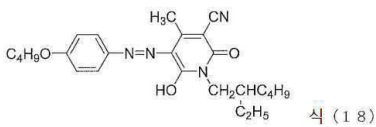
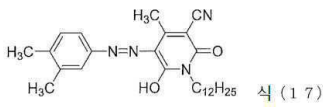
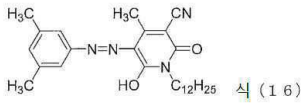
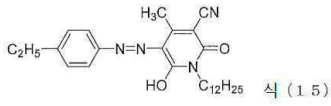
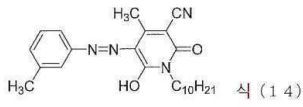
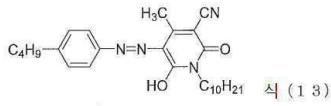
R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 중 적어도 하나가 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인, 염료.

청구항 11

제1항에 있어서,

상기 식(I)의 화합물이, 하기 식(1)~(18)로 나타내어지는 화합물로부터 선택되는 염료:





청구항 12

초임계 이산화탄소를 이용한 폴리올레핀 섬유 염색 방법으로서,

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 기재된 염료를 사용하여 초임계 이산화탄소 존재 하에 폴리올레핀 섬유를 염색하는 공정을 포함하는, 방법.

청구항 13

제12항에 있어서,

상기 염색 공정은, 31℃ 이상 또한 7.4MPa 이상의 압력에서 행해지는, 염색 방법.

청구항 14

제12항 또는 제13항에 있어서,

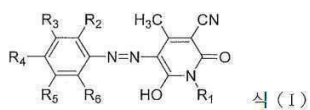
상기 섬유에 대한 상기 염료의 농도는, 0.1 내지 6.0% o.m.f.(on the mass of fiber)의 범위인, 염색 방법.

청구항 15

제12항 내지 제14항 중 어느 한 항에 기재된 염색 방법에 의해 염색된 폴리올레핀 섬유.

청구항 16

하기 일반식(I)의 화합물:



[식(I) 중,

R1은, 탄소수 8 내지 14의 알킬기를 나타내고,

R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타냄].

청구항 17

제16항에 있어서,

R_1 이 탄소수 8의 알킬기를 나타내고, R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 이 모두 수소 원자를 나타내는 화합물을 제외하는, 화합물.

청구항 18

제16항 또는 제17항에 있어서,

상기 식(I) 중, R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 이 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는, 화합물.

청구항 19

제16항 또는 제17항에 있어서,

상기 식(I) 중, R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 이 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는, 화합물.

청구항 20

제16항 또는 제17항에 있어서,

상기 식(I) 중, R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 이 각각 독립적으로, 수소 원자 및 탄소수 1 내지 8의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는, 화합물.

청구항 21

제16항 또는 제17항에 있어서,

상기 식(I) 중, R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 이 각각 독립적으로, 수소 원자 및 탄소수 1 내지 4의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는, 화합물.

청구항 22

제16항 또는 제17항에 있어서,

상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 9 내지 14의 알킬기를 나타내고,

R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자 및 탄소수 1 내지 8의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는, 화합물.

청구항 23

제16항 또는 제17항에 있어서,

상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 8 내지 14의 알킬기를 나타내고,

R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되고,

R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 중 적어도 하나가 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인, 화합물.

청구항 24

제16항 또는 제17항에 있어서,

상기 식(I) 중, R₁은, 탄소수 8 내지 12의 알킬기를 나타내고,

R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되고,

R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆ 중 적어도 하나가 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인, 화합물.

청구항 25

제16항 또는 제17항에 있어서,

상기 식(I) 중, R₁은, 탄소수 8 내지 10의 알킬기를 나타내고,

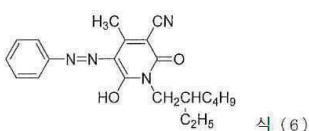
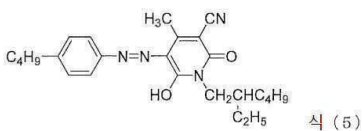
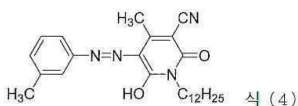
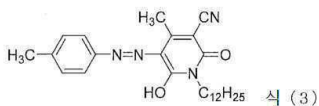
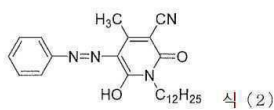
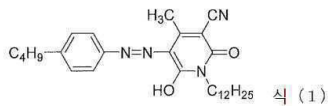
R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되고,

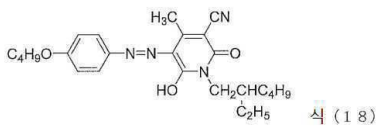
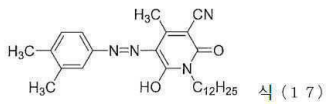
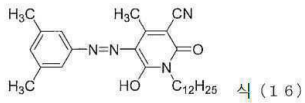
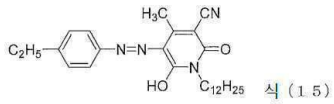
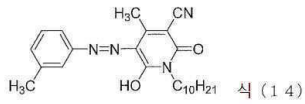
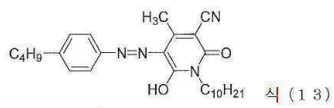
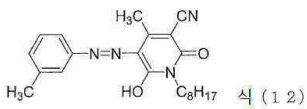
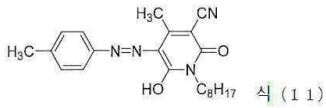
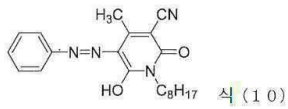
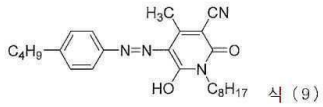
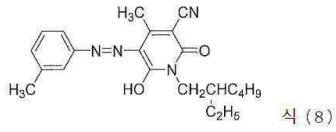
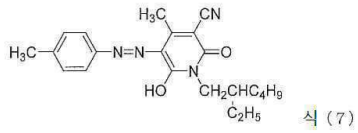
R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆ 중 적어도 하나가 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인, 화합물.

청구항 26

제16항에 있어서,

상기 일반식(I)의 화합물이, 하기 식(1)~(18)로 나타내어지는 화합물로부터 선택되는, 화합물:





발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은, 초임계 이산화탄소를 이용하여 폴리올레핀 섬유를 염색하기 위한 염료, 초임계 이산화탄소를 이용한

폴리올레핀 섬유 염색 방법, 상기 염색 방법에 의해 염색된 폴리올레핀 섬유, 및 화합물에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 폴리프로필렌 수지 및 폴리에틸렌 수지 등의 폴리올레핀계 수지는 결정성의 열가소성 수지이고, 저가, 이(易)가 공성, 고강도, 고내약품성, 고내찰과성, 고내굴곡성, 경량, 저흡습성, 저열전도성, 고대전방지성, 재생 가능 등의 우수한 특성을 가지고 있다.
- [0003] 한편, 폴리올레핀계 수지는 주쇄, 측쇄 모두 탄화수소로 이루어지는 고분자 화합물이며, 종래의 염료 화합물과의 친화성, 상용성(相溶性)이 낮고, 또한 화학 반응에 유효한 관능기를 가지고 있지 않은 것 등의 이유에 의해, 고농도 및 고견뢰 염색은 지극히 곤란하다고 여겨져 왔다.
- [0004] 그러므로, 현재 시장에 있는 유색 폴리올레핀계 수지는, 폴리머 펠렛 등의 제조 단계에서 유색 안료를 첨가하고, 그 후 원하는 형상으로 방사(紡絲), 성형 등을 행하고 있는 것이 대부분을 차지하고 있다.
- [0005] 이 착색 방법에서는 수지 제품 제조 공정의 초기 단계에 색을 결정할 필요가 있다. 또한 채산성을 고려하면, 하나의 색을 일정량 이상 생산할 필요가 있고, 결과적으로 색 선택의 자유가 제한된다.
- [0006] 또한 수지 제품의 색을 변경하는 경우에는, 수지 제품 제조 장치 내에 잔존하고 있는 이전 색의 착색 수지를 다음 색의 착색 수지로 치환하는 공정이 필요하며, 그 때 대량의 폐기 수지가 발생하고, 또한 시간 및 에너지를 낭비하는 등의 문제가 생긴다.
- [0007] 야마모토 히로시, 섬유학회지, 61(2005), 319-321.에 기재되어 있는 바와 같이, 폴리프로필렌 수지 및 폴리에틸렌 수지는 폴리올레핀계 수지, 폴리스티렌 수지와 견줄 수 있는 4대 범용 합성 수지이며, 폭넓은 분야에서 이용되고 있다.
- [0008] 그러나, 합성 섬유로서의 폴리프로필렌 수지 및 폴리에틸렌 수지의 용도는 매우 한정되어 있다.
- [0009] 이 이유는, 상기와 같이 폴리프로필렌 수지 섬유 및 폴리에틸렌 수지 섬유의 고농도 및 고견뢰 염색이 지극히 곤란하고, 유일하게 유효한 착색 방법인 유색 안료에 의한 원액 착색법에서는 단사섬도(single yarn fineness)가 커지지 않을 수 없고, 또한 색 선택의 자유가 제한되는 것 등이라고 생각된다.
- [0010] 지금까지도, 폴리올레핀계 수지 섬유를 수계 염색하기 위하여, 염료의 분자구조의 변경이 시도되고 있고, 특공 소38-10741호 공보, 특공 소40-1277호 공보, 특공 소41-3515호 공보, 영국특허 제872,882호 명세서, 미국특허 제3,536,735호 명세서, 특개 제2019-203223호 공보에는 폴리올레핀계 수지 섬유 염색을 위한 염료가 제안되고 있다.
- [0011] 특공 소38-10741호 공보에는, 안트라퀴논계 염료에, 탄소수 3 내지 12의 알킬기 또는 시클로알킬기를 치환기로서 가지는 폐녹시기를 도입한 적색 염료와 보라색 염료의 제조예, 및 이들을 사용한 폴리프로필렌 수지 섬유의 염색예가 기재되어 있다.
- [0012] 그러나, 이들 안트라퀴논계 적색 염료 또는 안트라퀴논계 보라색 염료에서는 폴리올레핀계 수지 섬유의 고농도 염색은 곤란하다. 또한 염색에 사용할 때의 염료의 형태에 관해서는, 이들 안트라퀴논계 적색 염료를 유기 용제인 알코올 또는 아세톤에 용해 후 사용하는 것 등의 기재가 있고, 친환경적인 것이라고는 말하기 어렵다. 덧붙여 황색 염료에 대한 기재는 없다.
- [0013] 특공 소40-1277호 공보에는, 안트라퀴논계 염료에, 탄소수 1 내지 9의 알킬기, 시클로알킬기 또는 할로게노기를 치환기로서 가지는 폐녹시기를 도입한 청색 염료의 제조예, 및 이들을 사용한 폴리에스테르 섬유, 폴리아미드 섬유, 폴리올레핀계 수지 섬유의 염색예가 기재되어 있다.
- [0014] 그러나, 이들 안트라퀴논계 청색 염료에서는 폴리올레핀계 수지 섬유의 고농도 염색은 곤란하고, 또한 얻어진 염색물의 염색 견뢰성에 대한 구체적인 기재는 되어 있지 않다. 게다가 염색에 사용할 때의 염료의 형태에 관해서는, 이들 안트라퀴논계 청색 염료를 유기 용제인 알코올 또는 아세톤에 용해 후 사용하는 것 등의 기재가 있고, 친환경적인 것이라고는 말하기 어렵다. 덧붙여 황색 염료에 대한 기재는 없다.
- [0015] 특공 소41-3515호 공보에는, 안트라퀴논계 염료에, 탄소수 1 내지 9의 알킬기 또는 할로게노기를 치환기로서 가지는 폐녹시기를 도입한 청색 염료의 제조예, 및 이들을 사용한 폴리올레핀계 수지 섬유의 염색예가 기재되어 있다.
- [0016] 그러나, 이들 안트라퀴논계 청색 염료에서는 폴리올레핀계 수지 섬유의 고농도 염색은 곤란하고, 또한 얻어진

염색물의 염색 견뢰성에 대한 구체적인 기재는 되어 있지 않다. 게다가 염색에 사용할 때의 염료의 형태에 관해서는, 유기 용제인 알코올 또는 아세톤에 용해 후 사용하는 등의 기재가 있고, 이는 친환경적인 것이라고는 말하기 어렵다. 덧붙여 황색 염료에 대한 기재는 없다.

[0017] 영국특허 제872,882호 명세서에는, 안트라퀴논계 염료의 α 위치에, 알킬아미노기, 시클로알킬아미노기를 도입한 청색 염료를 사용하는 폴리올레핀계 수지 섬유 염색예가 기재되어 있다.

[0018] 그러나, 이들 안트라퀴논계 청색 염료에서는 폴리올레핀계 수지 섬유의 고농도 염색은 곤란하며, 또한 얻어진 염색물의 염색 견뢰성에 대한 구체적인 기재는 되어 있지 않다. 덧붙여 황색 염료에 대한 기재는 없다.

[0019] 미국특허 제3,536,735호 명세서에는, 안트라퀴논계 염료에, sec-부틸기, sec-펜틸기, tert-펜틸기로부터 선택되는 2개의 치환기를 가지는 폐놀시기를 도입한 적색 염료의 제조에, 및 이들을 사용한 폴리프로필렌 수지 섬유의 염색예가 기재되어 있다.

[0020] 그러나, 이들 안트라퀴논계 적색 염료에서는 폴리올레핀계 수지 섬유의 고농도 염색은 곤란하며, 또한 얻어진 염색물의 염색 견뢰성에 대한 구체적인 기재는 되어 있지 않다. 게다가 염색에 사용할 때의 염료의 형태에 관해서는, 유기 용제인 디메틸포름아미드에 용해 후 사용하는 등의 기재가 있고, 이는 친환경적인 것이라고는 말하기 어렵다. 덧붙여 황색 염료에 대한 기재는 없다.

[0021] 특개 제2019-203223호 공보에는, 장쇄 알킬기를 가지는 안트라퀴논계 황색 염료, 안트라퀴논계 적색 염료 또는 안트라퀴논계 청색 염료를 함유하는 분산 염료조성물을 사용하여 폴리프로필렌 섬유를 수중에서 염색하는 염색예가 기재되어 있다.

[0022] 그러나, 기재되어 있는 장쇄 알킬기를 가지는 안트라퀴논계 황색 염료에서는 폴리프로필렌 섬유의 고농도 염색은 곤란하다.

[0023] 특개 소55-152869호 공보에는, 장쇄 알킬기를 가지는 모노아조계 염료의 제조에, 및 이들을 사용한 미세 테니어 폴리에스테르 섬유의 염색예가 기재되어 있다. 그러나, 이들을 사용한 폴리올레핀계 섬유로의 염색에는 기재되어 있지 않다. 덧붙여 황색 염료에 대한 기재는 없다.

[0024] 또한 폴리올레핀계 수지 섬유의 염색성을 개선하기 위하여, 폴리올레핀계 수지 섬유의 개질에 대해서도 종종 검토되어 왔다.

[0025] 개질 기술로서는, 폴리에스테르 등의 가소성 수지 성분의 배합, 가소성 기를 가지는 비닐계 단량체 등과의 공중합, 스테아르산 금속염 등의 염색 촉진제의 배합 등 각종의 것이 알려져 있다.

[0026] 이들 개질 폴리올레핀계 수지 섬유의 염색성은 개선되어 있지만, 염색 처리에 의해 실의 강도가 저하되어 버리고, 의복 등에 이용한 경우에 강도 부족에 빠진다는 문제를 가지고 있다.

[0027] 그런데, 일본특허 제3253649호 공보에는, 수계 염색을 대신하는 염색 방법으로서, 초임계 이산화탄소를 염색 매체로서 사용하고, 소수성 섬유 재료를 다양한 염료로 염색하는 것 등이 기재되어 있다.

[0028] 그러나, 소수성 섬유 재료의 일례로서 폴리프로필렌은 기재되어 있지만, 실시예에는 폴리에스테르 직물의 염색예만이 기재되어 있고, 폴리프로필렌 섬유의 염색에는 기재되어 있지 않다.

[0029] 일본특허 제6721172호 공보에는, 초임계 이산화탄소를 염색 매체로서 사용하고, 폴리올레핀계 섬유인 폴리프로필렌 섬유를 안트라퀴논계 청색 염료, 안트라퀴논계 황색 염료, 안트라퀴논계 적색 염료, 및 이들 염료를 혼합하여 염색하는 것이 기재되어 있다.

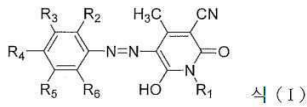
[0030] 그러나, 기재되어 있는 안트라퀴논계 황색 염료에서는 폴리프로필렌 섬유의 고농도 염색은 곤란하다.

[0031] 폴리프로필렌 수지 섬유 및 폴리에틸렌 수지 섬유를 고농도 및 고견뢰 염색하는 방법이 실용화되면, 무착색의 소(小)단사섬도의 저렴한 레귤러사(regular yarn)를 색상 수 제한없이 착색하는 것이 가능해지고, 지금까지 폴리프로필렌 수지 섬유 및 폴리에틸렌 수지 섬유가 적용되어 오지 않은 의류나 차량 내장재 등의 높은 디자인성이 요구되는 분야에서의 새로운 용도 전개가 기대된다.

발명의 내용

[0032] 본 발명은, 하기 일반식(I)의 화합물을 포함하는, 초임계 이산화탄소를 이용하여 폴리올레핀 섬유를 염색하기 위한 염료이다.

[0033] [화 1]



[0034]

[식(I) 중,

[0035]

[0036] R₁은, 탄소수 8 내지 14의 알킬기를 나타내고,

[0037]

R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타냄]

도면의 간단한 설명

[0038]

[도 1] 염색에 사용한 초임계 이산화탄소 염색 장치를 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

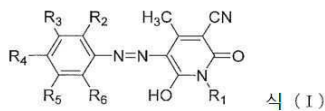
[0039]

그래서, 본 발명은, 폴리올레핀 섬유를 고농도의 황색으로 염색할 수 있고, 또한 염색물의 내광(耐光), 승화, 세탁 등의 염색 견뢰성이 우수한, 초임계 이산화탄소를 이용하여 폴리올레핀 섬유를 염색하기 위한 염료, 초임계 이산화탄소를 이용한 폴리올레핀 섬유의 염색 방법, 상기 염색 방법에 의해 염색된 폴리올레핀 섬유, 및 화합물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0040]

본 발명은, 하기 일반식(I)로 표현되는 화합물을 포함하는, 초임계 이산화탄소를 이용하여 폴리올레핀 섬유를 염색하기 위한 염료이다.

[0041] [화 2]



[0042]

[식(I) 중,

[0043]

[0044] R₁은, 탄소수 8 내지 14의 알킬기를 나타내고,

[0045]

R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타냄]

[0046]

또한, 본 발명은, 초임계 이산화탄소를 이용한 폴리올레핀 섬유의 염색 방법으로서,

[0047]

본 발명의 상기 염료를 이용하여 초임계 이산화탄소 존재 하에 폴리올레핀 섬유를 염색하는 공정을 포함하는 방법을 제공한다.

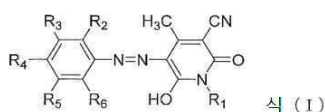
[0048]

또한, 본 발명은, 본 발명의 상기 염료를 이용하여 초임계 이산화탄소 존재 하에 폴리올레핀 섬유를 염색하는 공정을 포함하는 염색 방법에 의해 염색된 폴리올레핀 섬유를 제공한다.

[0049]

또한, 본 발명은, 하기 일반식(I)로 표현되는 화합물을 제공한다.

[0050] [화 3]



[0051]

[식(I) 중,

[0052]

[0053] R₁은, 탄소수 8 내지 14의 알킬기를 나타내고,

[0054]

[0054] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타냄]

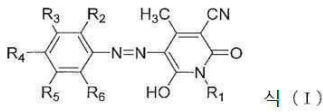
[0055] 본 발명의 염료는, 초임계 이산화탄소 존재 하에 폴리올레핀 섬유를 고농도의 황색으로 염색할 수 있고, 또한 그 염색물은 내광, 승화, 세탁 등의 염색 견뢰성이 우수하다.

[0056] 본 발명자들은, 이하의 특정 화합물을 포함하는 염료가, 친유성인 폴리올레핀 섬유에 대하여 친화성이 향상하고 있고, 초임계 이산화탄소 존재 하에 폴리올레핀 섬유를 고농도의 황색으로 염색하는 것을 발견하고, 본 발명을 완성하였다.

[0057] <식(I)의 화합물>

[0058] 본 발명의 염료에 포함되는 일반식(I)의 화합물은 이하와 같다.

[0059] [화 4]



[0060] [식(I) 중,
[0061] R₁은, 탄소수 8 내지 14의 알킬기를 나타내고,

[0062] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타냄]

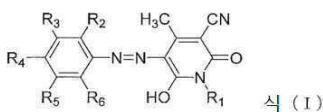
[0063] 상기 식(I) 중, 탄소수 8 내지 14의 알킬기로서는, 예를 들면, n-옥틸기, n-노닐기, n-데실기, n-운데실기, n-도데실기, n-트리데실기 및 n-테트라데실기 등의 직쇄상의 알킬기 및 2-에틸헥실기, 1,1,3,3-테트라메틸부틸기, 2-트리데실기, 2-부틸옥틸기 등의 분기쇄상의 알킬기를 들 수 있다. 이들 중에서도, 탄소수 8 내지 14의 알킬기로서는, 탄소수 9 내지 14의 직쇄상 또는 분기쇄상의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 10 내지 14의 직쇄상 또는 분기쇄상의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 12 내지 14의 직쇄상 또는 분기쇄상의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 8 내지 12의 직쇄상 또는 분기쇄상의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 9 내지 12의 직쇄상 또는 분기쇄상의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 10 내지 12의 직쇄상 또는 분기쇄상의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 8 내지 10의 직쇄상 또는 분기쇄상의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 9 내지 10의 직쇄상 또는 분기쇄상의 알킬기가 바람직하다.

[0064] 상기 식(I) 중, 탄소수 1 내지 8의 알킬기로서는, 예를 들면, 메틸기, 에틸기, n-프로필기, n-부틸기, n-펜틸기, n-헥실기, n-헵틸기, n-옥틸기 등의 직쇄상의 알킬기 및 이소프로필기, 이소부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기, 이소펜틸기, sec-펜틸기, tert-펜틸기, 2-메틸부틸기, 1-메틸펜틸기, 2-메틸펜틸기, 3-메틸펜틸기, 4-메틸펜틸기, 1-에틸부틸기, 2-에틸부틸기, 1,1-디메틸부틸기, 2,2-디메틸부틸기, 3,3-디메틸부틸기, 및 1-에틸-1-메틸프로필기 등의 분기쇄상의 알킬기를 들 수 있다. 이들 중에서도, 탄소수 1 내지 4의 직쇄상 또는 분기쇄상의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 4의 직쇄상 또는 분기쇄상의 알킬기가 보다 바람직하다.

[0065] 상기 식(I) 중, 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로서는, 예를 들면, 메톡시기, 에톡시기, n-프로폭시기, 이소프로폭시기, n-부톡시기, 이소부톡시기, sec-부톡시기, tert-부톡시기 등의 직쇄상 또는 분기상의 탄소수 1 내지 4의 알콕시기를 들 수 있다. 이들 중에서도, 탄소수 4의 알콕시기가 바람직하다.

[0066] <일반식(I)의 화합물>

[0067] [화 5]



[0068] [식(I) 중,
[0069] R₁은, 탄소수 8 내지 14의 알킬기를 나타내고,

- [0072] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타냄]
- [0073] 상기 식(I) 중,
- [0074] R_1 은, 탄소수 9 내지 14의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 10 내지 14의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 12 내지 14의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 8 내지 12의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 9 내지 12의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 10 내지 12의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 8 내지 10의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 9 내지 10의 알킬기가 바람직하다.
- [0075] 상기 식(I) 중,
- [0076] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기이고,
- [0077] 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하고,
- [0078] 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하고,
- [0079] 수소 원자, 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기인 것이 바람직하고,
- [0080] 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 바람직하고,
- [0081] 수소 원자, 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기인 것이 보다 바람직하고,
- [0082] 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 보다 바람직하고,
- [0083] 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 보다 바람직하다.
- [0084] 상기 식(I) 중,
- [0085] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기인 것이 바람직하고, R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 중 적어도 하나가 직쇄상 또는 분기상의 탄소수 4의 알킬기인 것이 보다 바람직하다.
- [0086] 상기 식(I) 중,
- [0087] R_2 및 R_6 은, 수소 원자가 바람직하다.
- [0088] 상기 식(I) 중,
- [0089] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기가 바람직하고, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기가 보다 바람직하다.
- [0090] 상기 식(I) 중,
- [0091] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하고,
- [0092] 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 보다 바람직하고,
- [0093] 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 보다 바람직하고,
- [0094] 수소 원자, 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기인 것이 바람직하고,
- [0095] 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 보다 바람직하고,
- [0096] 수소 원자, 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기인 것이 보다 바람직하고,
- [0097] 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 더욱 바람직하고,
- [0098] 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 보다 바람직하다.
- [0099] 상기 식(I) 중, R_1 이 탄소수 8의 알킬기를 나타내고, R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 이 모두 수소 원자를 나타내는 화합물을 제외하는 것이 바람직하다.

- [0100] 상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 9 내지 14의 알킬기를 나타내고,
- [0101] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자 및 탄소수 1 내지 8의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는 것이 바람직하다.
- [0102] 상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 10 내지 14의 알킬기를 나타내고,
- [0103] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자 및 탄소수 1 내지 8의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는 것이 바람직하다.
- [0104] 상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 9 내지 12의 알킬기를 나타내고,
- [0105] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자 및 탄소수 1 내지 8의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는 것이 바람직하다.
- [0106] 상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 10 내지 12의 알킬기를 나타내고,
- [0107] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자 및 탄소수 1 내지 8의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는 것이 바람직하다.
- [0108] 상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 8 내지 12의 알킬기를 나타내고,
- [0109] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는 것이 바람직하다.
- [0110] 상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 8 내지 10의 알킬기를 나타내고,
- [0111] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는 것이 바람직하다.
- [0112] 상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 8 내지 14의 알킬기를 나타내고,
- [0113] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되고,
- [0114] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 중 적어도 하나가 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0115] 상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 8 내지 12의 알킬기를 나타내고,
- [0116] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되고,
- [0117] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 중 적어도 하나가 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0118] 상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 8 내지 10의 알킬기를 나타내고,
- [0119] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되고,
- [0120] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 중 적어도 하나가 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0121] 상기 식(I) 중, R_1 은, 탄소수 8 내지 14의 알킬기를 나타내고,
- [0122] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되고,
- [0123] R_2, R_3, R_4, R_5 및 R_6 중 적어도 하나가 탄소수 1 내지 4의 알킬기인 것이 바람직하다.

- [0124] 상기 식(I) 중,
 [0125] R_1 은 탄소수 8 내지 14의 알킬기이고,
 [0126] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
 [0127] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
 [0128] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
 또한, 상기 식(I) 중,
 [0129] R_1 은 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고,
 [0130] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
 [0131] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
 [0132] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
 또한, 상기 식(I) 중,
 [0133] R_1 은 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고,
 [0134] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
 [0135] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
 [0136] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
 또한, 상기 식(I) 중,
 [0137] R_1 은 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고,
 [0138] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
 [0139] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
 [0140] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
 또한, 상기 식(I) 중,
 [0141] R_1 은 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고,
 [0142] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
 [0143] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기이고,
 [0144] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
 또한, 상기 식(I) 중,
 [0145] R_1 은 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고,
 [0146] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
 [0147] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기이고,
 [0148] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
 또한, 상기 식(I) 중,
 [0149] R_1 은 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고,
 [0150] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
 [0151] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
 [0152] R_4 는 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
 또한, 상기 식(I) 중,
 [0153] R_1 은 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고,
 [0154] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
 [0155] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
 [0156] R_4 는 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
 또한, 상기 식(I) 중,
 [0157] R_1 은 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고,
 [0158] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
 [0159] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
 [0160] R_4 는 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.

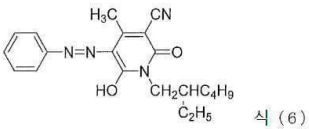
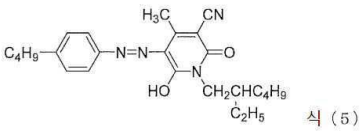
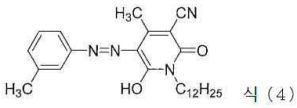
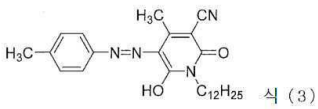
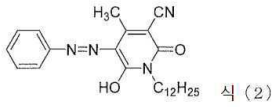
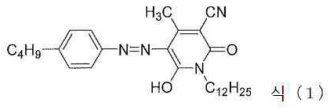
- [0155] R_1 은 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고,
- [0156] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0157] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기이고,
- [0158] R_4 는 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0159] 또한, 상기 식(I) 중,
- [0160] R_1 은 탄소수 8 내지 10의 알킬기이고,
- [0161] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0162] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
- [0163] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0164] 또한, 상기 식(I) 중,
- [0165] R_1 은 탄소수 8 내지 10의 알킬기이고,
- [0166] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0167] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
- [0168] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0169] 또한, 상기 식(I) 중,
- [0170] R_1 은 탄소수 8 내지 10의 알킬기이고,
- [0171] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0172] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기이고,
- [0173] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0174] 또한, 상기 식(I) 중,
- [0175] R_1 은 탄소수 8 내지 10의 알킬기이고,
- [0176] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0177] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기이고,
- [0178] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0179] 또한, 상기 식(I) 중,
- [0180] R_1 은 탄소수 8 내지 10의 알킬기이고,
- [0181] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0182] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
- [0183] R_4 는 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0184] 또한, 상기 식(I) 중,
- [0185] R_1 은 탄소수 8 내지 10의 알킬기이고, R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,

[0186] R₃ 및 R₅는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기이고,

[0187] R₄는 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.

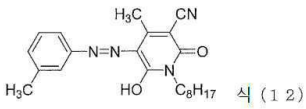
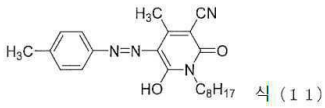
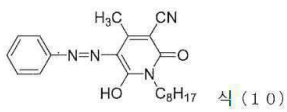
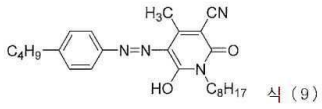
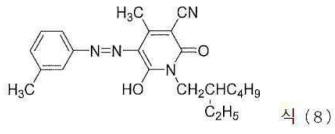
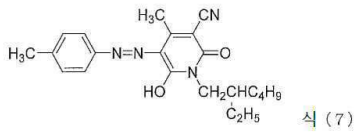
[0188] 식(I)의 화합물은, 이하의 화합물이 바람직하고, 식(1), 식(3), 식(4), 식(5), 식(7), 식(8), 식(13), 식(14), 식(15), 식(16), 식(17)의 화합물이 보다 바람직하다.

[0189] [화 6]



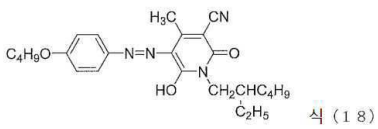
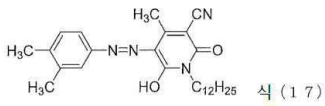
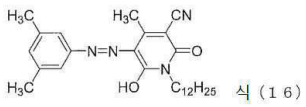
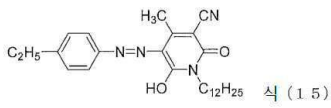
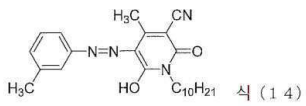
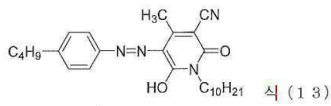
[0190]

[0191] [화 7]



[0192]

[0193] [화 8]



[0194]

[0195] 상기 식(I)의 화합물은 황색의 염료 화합물이다.

- [0196] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0197] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0198] R_1 은, 탄소수 9 내지 14의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 10 내지 14의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 12 내지 14의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 8 내지 12의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 9 내지 12의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 10 내지 12의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 8 내지 10의 알킬기가 바람직하고, 탄소수 9 내지 10의 알킬기가 바람직하다.
- [0199] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0200] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0201] R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기이고,
- [0202] 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하고,
- [0203] 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하고,
- [0204] 수소 원자, 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기인 것이 바람직하고,
- [0205] 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 바람직하고,
- [0206] 수소 원자, 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기인 것이 보다 바람직하고,
- [0207] 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 보다 바람직하고,
- [0208] 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 보다 바람직하다.
- [0209] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0210] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0211] R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 은 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기인 것이 바람직하고, R_2 , R_3 , R_4 , R_5 및 R_6 중 적어도 하나가 직쇄상 또는 분기상의 탄소수 4의 알킬기인 것이 보다 바람직하다.
- [0212] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0213] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0214] R_2 및 R_6 은, 수소 원자가 바람직하다.
- [0215] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0216] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0217] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기가 바람직하고, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기가 보다 바람직하다.
- [0218] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0219] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0220] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하고,
- [0221] 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 보다 바람직하고,
- [0222] 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 보다 바람직하고,
- [0223] 수소 원자, 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기인 것이 바람직하고,
- [0224] 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 보다 바람직하고,
- [0225] 수소 원자, 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기인 것이 보다 바람직하고,

- [0226] 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 더욱 바람직하고,
- [0227] 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 더욱 바람직하다.
- [0228] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0229] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0230] R₁이 탄소수 8의 알킬기를 나타내고, R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆이 모두 수소 원자를 나타내는 화합물을 제외하는 것이 바람직하다.
- [0231] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0232] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0233] R₁은, 탄소수 9 내지 14의 알킬기를 나타내고,
- [0234] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자 및 탄소수 1 내지 8의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는 것이 바람직하다.
- [0235] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0236] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0237] R₁은, 탄소수 10 내지 14의 알킬기를 나타내고,
- [0238] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자 및 탄소수 1 내지 8의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는 것이 바람직하다.
- [0239] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0240] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0241] R₁은, 탄소수 9 내지 12의 알킬기를 나타내고,
- [0242] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자 및 탄소수 1 내지 8의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는 것이 바람직하다.
- [0243] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0244] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0245] R₁은, 탄소수 10 내지 12의 알킬기를 나타내고,
- [0246] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자 및 탄소수 1 내지 8의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는 것이 바람직하다.
- [0247] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0248] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0249] R₁은, 탄소수 8 내지 12의 알킬기를 나타내고,
- [0250] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는 것이 바람직하다.
- [0251] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0252] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0253] R₁은, 탄소수 8 내지 10의 알킬기를 나타내고,
- [0254] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기

로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타내는 것이 바람직하다.

- [0255] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0256] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0257] R₁은, 탄소수 8 내지 14의 알킬기를 나타내고,
- [0258] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되고,
- [0259] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆ 중 적어도 하나가 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0260] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0261] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0262] R₁은, 탄소수 8 내지 12의 알킬기를 나타내고,
- [0263] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되고,
- [0264] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆ 중 적어도 하나가 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0265] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0266] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0267] R₁은, 탄소수 8 내지 10의 알킬기를 나타내고,
- [0268] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되고,
- [0269] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆ 중 적어도 하나가 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0270] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0271] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0272] R₁은, 탄소수 8 내지 14의 알킬기를 나타내고,
- [0273] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기로 이루어지는 군으로부터 선택되고,
- [0274] R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆ 중 적어도 하나가 탄소수 1 내지 4의 알킬기인 것이 바람직하다.
- [0275] 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0276] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0277] R₁은 탄소수 8 내지 14의 알킬기이고,
- [0278] R₂ 및 R₆은 수소 원자이며,
- [0279] R₃ 및 R₅는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
- [0280] R₄는 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0281] 또한, 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0282] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0283] R₁은 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고,

- [0284] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0285] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
- [0286] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0287] 또한, 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0288] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0289] R_1 은 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고,
- [0290] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0291] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
- [0292] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0293] 또한, 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0294] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0295] R_1 은 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고,
- [0296] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0297] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기이고,
- [0298] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0299] 또한, 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0300] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0301] R_1 은 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고,
- [0302] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0303] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기이고,
- [0304] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0305] 또한, 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0306] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0307] R_1 은 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고,
- [0308] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0309] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
- [0310] R_4 는 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0311] 또한, 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0312] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0313] R_1 은 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고,
- [0314] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,

- [0315] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기이고,
- [0316] R_4 는 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0317] 또한, 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0318] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0319] R_1 은 탄소수 8 내지 10의 알킬기이고,
- [0320] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0321] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
- [0322] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0323] 또한, 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0324] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0325] R_1 은 탄소수 8 내지 10의 알킬기이고,
- [0326] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0327] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,
- [0328] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0329] 또한, 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0330] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0331] R_1 은 탄소수 8 내지 10의 알킬기이고,
- [0332] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0333] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기이고,
- [0334] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0335] 또한, 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0336] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0337] R_1 은 탄소수 8 내지 10의 알킬기이고,
- [0338] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0339] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기이고,
- [0340] R_4 는 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.
- [0341] 또한, 상기 염료의 상기 식(I) 중,
- [0342] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,
- [0343] R_1 은 탄소수 8 내지 10의 알킬기이고,
- [0344] R_2 및 R_6 은 수소 원자이며,
- [0345] R_3 및 R_5 는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 8의 알킬기이고,

[0346] R₄는 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.

[0347] 또한, 상기 염료의 상기 식(I) 중,

[0348] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,

[0349] R₁은 탄소수 8 내지 10의 알킬기이고,

[0350] R₂ 및 R₆은 수소 원자이며,

[0351] R₃ 및 R₅는 각각 독립적으로, 수소 원자 또는 탄소수 1 내지 4의 알킬기이고,

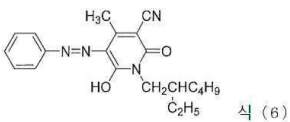
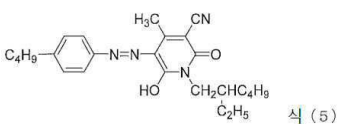
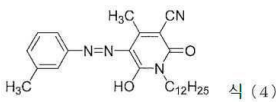
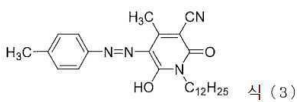
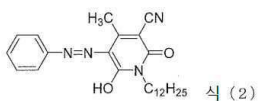
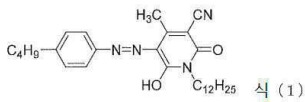
[0352] R₄는 수소 원자, 탄소수 4의 알킬기, 또는 탄소수 4의 알콕시기인 것이 바람직하다.

[0353] 상기 염료의 상기 식(I)의 화합물은,

[0354] 염색 농도, 내광 견뢰도, 승화 견뢰도 등의 관점에서,

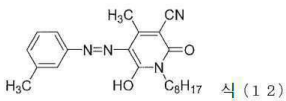
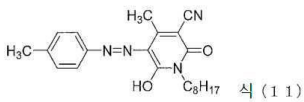
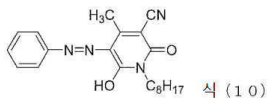
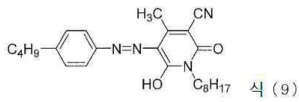
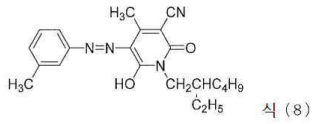
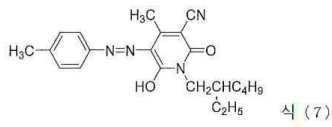
[0355] 이하의 화합물이 바람직하고, 식(1), 식(3), 식(4), 식(5), 식(7), 식(8), 식(13), 식(14), 식(15), 식(16), 식(17)의 화합물이 보다 바람직하다.

[0356] [화 9]



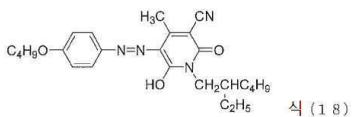
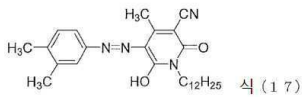
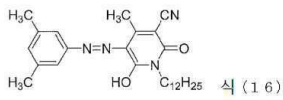
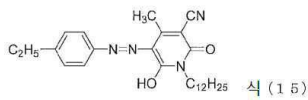
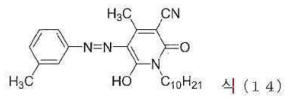
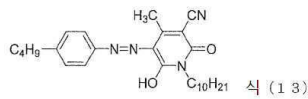
[0357]

[0358] [화 10]



[0359]

[0360] [화 11]

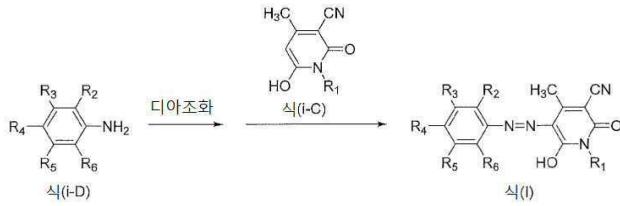


[0361]

[0362] <식(I)의 화합물의 제조 방법>

[0363] 상기 식(I)로 표현되는 화합물의 제조 방법에 대하여 설명한다.

[0364] [화 12]



[0365]

[0366] 상기 식(I)로 표현되는 화합물은, 식(i-D)로 표현되는 아닐린 유도체(식(i-D) 중, R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 8의 알킬기 및 탄소수 1 내지 4의 알콕시기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나를 나타냄)의 디아조 화합물과, 식(i-C)로 표현되는 화합물(식(i-C) 중, R₁은 탄소수 8 내지 14의 알킬기를 나타냄)을 커플링시킴으로써 얻어진다.

[0367] (i) 식(i-D)의 화합물의 디아조화

[0368] 먼저 식(i-D)의 화합물을, 무기산 또는 유기 카르보산 중에 있어서, 경우에 따라 추가시킨 물의 존재 하에서 니트로소화제(nitrosating agent) 또는 니트로실황산을 사용하여 디아조화하여 디아조 화합물을 얻는다. 사용하는 유기 카르보산으로서는, 예를 들면 아세트산 및 프로피온산을 들 수 있다. 또한 무기산으로서는, 예를 들면 염산, 인산 및 황산, 바람직하게는 황산을 들 수 있다. 사용하는 니트로소화제로서는, 알칼리 금속의 아질산염, 예를 들면 고체 상태 또는 수용액 상태의 아질산나트륨이다. 그리고, 식(i-D)의 화합물은 시판에서 입수하거나, 공지된 방법에 의해 제조하면 된다.

[0369] 디아조화의 반응 온도는, 바람직하게는 -10 내지 40℃, 보다 바람직하게는 0 내지 40℃이다.

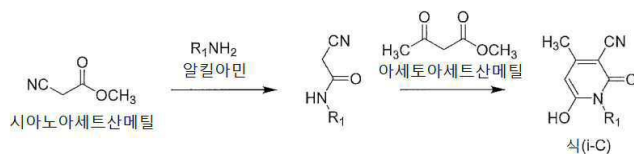
[0370] (ii) 식(i-C)의 화합물과의 커플링

[0371] 식(i-C)로 표현되는 화합물의 N,N-디메틸포름아미드(DMF) 용액에, 상기 식(i-D)의 디아조 화합물의 용액을 예를 들면 0 내지 10℃의 온도 범위에서 첨가하여, 상기 식(I)로 표현되는 화합물을 얻는다.

[0372] (iii) 식(i-C)의 화합물의 제조 방법

[0373] 원료인 식(i-C)의 화합물은, 다음과 같이 하여 제조할 수 있다.

[0374] [화 13]



[0375]

[0376] 무용매 조건 하, 시아노아세트산에스테르(예를 들면 시아노아세트산메틸)에 R₁NH₂(R₁은 탄소수 8 내지 14의 알킬기를 나타냄)로 표현되는 알킬아민을 반응시킨 후, 피페리딘 존재 하에 아세토아세트산에스테르(예를 들면, 아세토아세트산메틸)를 반응시키고, 식(i-C)의 화합물을 얻는다.

[0377] <초임계 이산화탄소를 이용하여 폴리올레핀 섬유를 염색하기 위한 염료>

[0378] 본 발명의 염료는 식(I)의 화합물을 가진다.

[0379] 본 발명의 염료는 첨가제를 더 포함해도 된다. 상기 첨가제로서는, 예를 들면 조색제(coloring aid), 분산제, 충전제, 안정제, 가소제, 결정핵제, 개질제, 발포제, 자외선 흡수제, 광안정제, 산화방지제, 향균제, 곰팡이방지제, 대전방지제, 난연제, 무기 충전제, 및 내충격성 개량용의 엘라스토머 등을 들 수 있다.

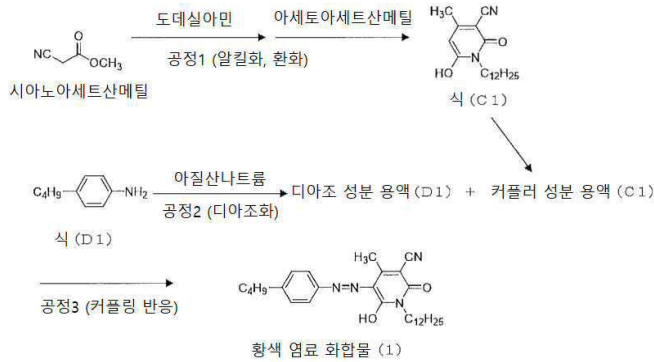
[0380] 본 발명의 염료에 의해 염색되는, 피염색물의 폴리올레핀 섬유는, 예를 들면 프로필렌, 에틸렌, 1-부텐, 3-메틸-1-부텐, 4-메틸-1-펜텐, 1-옥텐 등의 α-올레핀의 단독 중합체, 이들 α-올레핀의 공중합체, 또는 이들 α-올레핀과 공중합 가능한 다른 불포화 단량체와의 공중합체로부터 선택되는 중합체로 형성되는 섬유를 들 수 있다. 또한, 공중합체의 종류는 예를 들면 블록 공중합체, 랜덤 공중합체, 그래프트(graft) 공중합체 등을 들 수 있다. 상기 중합체의 구체예로서는, 프로필렌 단독 중합체, 프로필렌-에틸렌 블록 공중합체, 프로필렌-에틸렌

랜덤 공중합체, 프로필렌-에틸렌-(1-부텐) 공중합체 등의 폴리프로필렌계 수지, 저밀도 폴리에틸렌, 중밀도 폴리에틸렌, 고밀도 폴리에틸렌, 직쇄상 저밀도 폴리에틸렌, 에틸렌-아세트산비닐 공중합체, 에틸렌-아크릴산에틸 공중합체 등의 폴리에틸렌계 수지, 폴리(1-부텐), 폴리(4-메틸-1-펜텐) 등을 들 수 있다.

- [0381] 상기 중합체는 단독 또는 2종 이상을 조합하여 사용하여, 폴리올레핀 섬유를 형성해도 된다.
- [0382] 상기 폴리올레핀 섬유로서는, 폴리프로필렌계 수지 및/또는 폴리에틸렌계 수지로 형성되는 것이 바람직하고, 폴리프로필렌계 수지로 형성되는 것이 보다 바람직하다.
- [0383] 상기 폴리올레핀 섬유의 형상은, 예를 들면 피상(성형품 등), 필름상, 섬유상(천 형상(직물, 뜨개질, 부직포 등), 실 형상(필라멘트계, 방적사, 슬릿 양, 스플릿 양 등) 등) 등 중 어느 것이라도 되고, 바람직하게는 섬유상이다.
- [0384] 상기 폴리올레핀 섬유는, 폴리프로필렌 수지 및/또는 폴리에틸렌 수지에 다른 폴리머 성분을 배합, 접합 등을 실시하여 형성되는 섬유라도 된다. 상기 폴리올레핀 섬유는, 폴리프로필렌 섬유에 폴리에스테르 등의 다른 섬유를 혼방, 혼섬(混織) 등을 한 것이라도 된다.
- [0385] <초임계 이산화탄소를 이용한 폴리올레핀 섬유의 염색 방법>
- [0386] 본 발명은, 초임계 이산화탄소를 이용한 폴리올레핀 섬유의 염색 방법으로서, 상기 본 발명의 염료를 이용하여 초임계 이산화탄소 존재 하에 폴리올레핀 섬유를 염색하는 공정을 포함하는 방법이다. 상기 방법에 있어서, 염색 매체로서 초임계 이산화탄소를 사용한다.
- [0387] 염색 매체로서, 초임계 이산화탄소를 사용하는 염색 방법은, 염색 매체로서 물을 사용하는 일반적인 염색 방법과 비교하여, 염색 시에 물을 사용하지 않고, 또한 세정 공정이 불필요하므로 폐수가 발생하지 않는 점, 염색 조제가 불필요한 점, 염색 시간이 짧은 점, 염색 매체인 이산화탄소를 재이용 가능한 점 등으로부터, 친환경적인 염색 방법으로서 주목되고 있다.
- [0388] 또한, 초임계 이산화탄소는 친유성이고, 본 발명의 염료 및 폴리올레핀계 수지 모두 친유성이므로, 염색 매체, 염료, 피염색물 각각의 친화성이 높고, 결과로서 고품위의 염색물이 얻어진다.
- [0389] 본 발명의 초임계 이산화탄소를 이용한 폴리올레핀 섬유의 염색 방법에서의 염색 공정은, 31℃ 이상의 온도 및 7.4MPa 이상의 압력에서 행해지는 것이 바람직하다. 상기 염색 온도 및 염색 압력은, 염색 매체인 이산화탄소의 임계점(31℃에서의 7.4MPa) 이상인 것이 필요하기 때문이다.
- [0390] 상기 염색 공정에 있어서, 염색 온도는 피염색 섬유의 수지의 종류에 의해 주로 결정된다. 상기 염색 온도, 통상은 60 내지 180℃의 범위이고, 바람직하게는 80 내지 160℃의 범위이다.
- [0391] 상기 염색 공정에 있어서, 염색 압력은 피염색 섬유의 수지의 종류에 의해 주로 결정된다. 상기 염색 압력은, 통상은 약 7.4 내지 40.0MPa의 범위이고, 바람직하게는 20 내지 30MPa다.
- [0392] 상기 염색 공정에서의 염색 시간은, 피염색 섬유의 수지의 종류 및 염색 온도에 의해 결정된다. 상기 염색 시간은, 통상은 약 10 내지 120분간, 바람직하게는 30 내지 90분간이다.
- [0393] 상기 염색 공정에 있어서, 상기 섬유에 대한 상기 염료의 농도는 피염색 섬유의 종류와 가공 상태에 의존한다. 상기 피염색 섬유가 섬유상인 경우, 상기 섬유에 대한 상기 염료의 농도는 0.1 내지 6.0% o.m.f.(on the mass of fiber), 바람직하게는 0.1 내지 4.0% o.m.f.이다.
- [0394] 본 발명의 염색 방법에 있어서, 욱비(bath ratio)(피염색물:이산화탄소의 질량비)는 피염색물의 종류와 가공 상태에 의존한다. 상기 욱비는, 통상은 1:2 내지 1:100, 바람직하게는 1:5 내지 1:75이다. 피염색물이 적당한 치즈에 감긴 폴리프로필렌 천인 경우, 본 발명의 염색 방법에 있어서, 욱비는 비교적 낮고, 예를 들면 1:2 내지 1:5이다.
- [0395] <염색된 폴리올레핀 섬유>
- [0396] 본 발명은, 본 발명의 염색 방법에 의해 염색된 폴리올레핀 섬유를 제공한다. 이 염색된 폴리올레핀 섬유는 고농도로, 특히 고농도의 황색으로 염색되어 있고, 또한 내광, 승화, 세탁 등의 염색 견뢰성이 우수하다. 상기 폴리올레핀 섬유의 용도로서는, 예를 들면 의복, 속옷, 모자, 양말, 장갑, 스포츠용 의류 등의 의류품, 좌석 시트 등의 차량 내장재, 카펫, 커튼, 매트, 소파 커버, 쿠션 커버 등의 인테리어 용품 등을 들 수 있다.
- [0397] 이하에, 실시예를 들어 본 발명을 더욱 구체적으로 설명하지만, 본 발명의 태양(態樣)은 이들에 한정되는 것은

아니다.

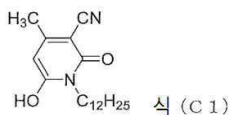
- [0398] [실시예]
- [0399] (합성예 1)
- [0400] [황색 염료 화합물(1)의 합성]
- [0401] 황색 염료 화합물(1)은, 하기 스킴(scheme)에 따라서 제조했다.
- [0402] [화 14]



- [0403]
- [0404] 1-A. 커플러 화합물(C1)의 합성 및 커플러 성분 용액의 조제
- [0405] (공정 1)

[0406] 시아노아세트산메틸(9.96g)과 도데실아민(18.5g)을 혼합하고, 90℃로 가열하여 4시간 교반했다. 아세트아세트산메틸(11.6g)과 피페리딘(8.52g)을 적하 후, 90℃에서 4시간 교반했다. 실온으로 냉각 후, 반응액을 7.2% 염산(100g) 중에 적하하고, 아세트산에틸(30g)을 첨가하여 교반했다. 이 혼합물을 여별(濾別)하고, 여과 잔류물을 수세하여 식(C1)로 표현되는 3-시아노-1-도데실-6-하이드록시-4-메틸-2-피리돈을 조(粗)생성물로서 얻었다. 이 반응 혼합물에 DMF 300g을 첨가하고, 5℃로 냉각함으로써 식(C1)의 화합물로 이루어지는 커플러 성분 용액(C1)을 얻었다.

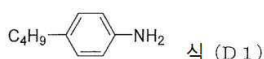
- [0407] [화 15]



- [0408]
- [0409] 1-B. 디아조 성분 용액의 조제
- [0410] (공정 2)

[0411] 하기 식(D1)로 나타내어지는 4-부틸아닐린(14.9g)과 10% 염산(140g)의 혼합물에, 5 내지 10℃의 범위 내에서 36% 아질산나트륨 수용액(21.1g)을 적하하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 1시간 교반했다. 이 혼합물에 슬파민산(1.84g)을 첨가하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 20분간 교반함으로써 디아조 성분 용액(D1)을 얻었다.

- [0412] [화 16]

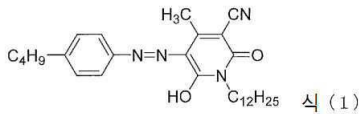


- [0413]
- [0414] 1-C. 커플링 반응에 의한 황색 염료 화합물(1)의 합성
- [0415] (공정 3)

[0416] 상기 공정 2에서 얻어진 디아조 성분 용액(D1)을, 상기 공정 1에서 얻어진 상기 커플러 성분 용액(C1)에, 0 내지 10℃의 범위 내에서 1시간 걸쳐서 적하하고, 커플링 반응을 행했다. 이 혼합물을 0 내지 10℃의 범위 내에서

30분간 교반한 후, 물 500g을 첨가했다. 이 반응 혼합물로부터 생성물을 여별하고, 물로 세정하고, 수분이 1.0 질량% 이하로 될 때까지 60℃에서 건조하여 하기 식(1)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(29.0g, 수율 60.6%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 479(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0417] [화 17]



[0418]

(합성예 2)

[0419]

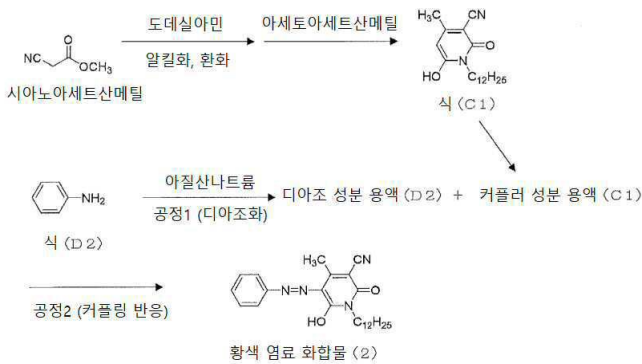
[황색 염료 화합물(2)의 합성]

[0420]

황색 염료 화합물(2)는, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

[0421]

[0422] [화 18]



[0423]

2-A. 디아조 성분 용액의 조제

[0424]

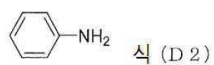
(공정 1)

[0425]

하기 식(D2)로 나타내어지는 아닐린(9.31g)과 10% 염산(140g)의 혼합물에, 5 내지 10℃의 범위 내에서 36% 아질산나트륨 수용액(21.1g)을 적하하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 1시간 교반했다. 이 혼합물에 슬파민산(1.84g)을 첨가하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 20분간 교반함으로써 디아조 성분 용액(D2)를 얻었다.

[0426]

[0427] [화 19]



[0428]

2-B. 커플링 반응에 의한 황색 염료 화합물(2)의 합성

[0429]

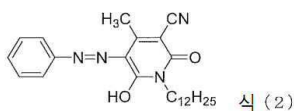
(공정 2)

[0430]

디아조 성분 용액으로서 디아조 성분 용액(D1) 대신에 디아조 성분 용액(D2)를 사용하는 것 이외는 합성예 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(2)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(31.8g, 수율 75.3%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 423(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0431]

[0432] [화 20]



[0433]

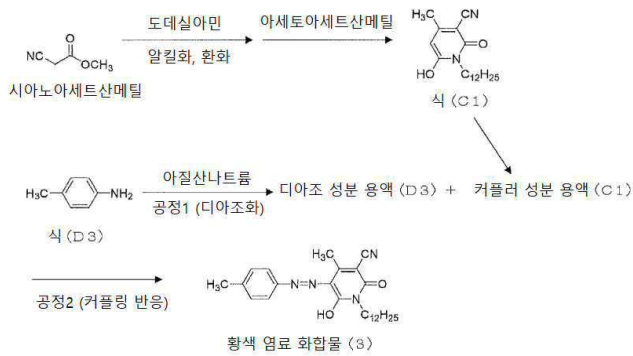
(합성예 3)

[0434]

[0435] [황색 염료 화합물(3)의 합성]

[0436] 황색 염료 화합물(3)은, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

[0437] [화 21]



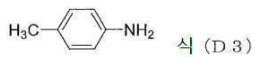
[0438]

[0439] 3-A. 디아조 성분 용액의 조제

[0440] (공정 1)

[0441] 하기 식(D3)으로 나타내어지는 p-톨루이딘(10.7g)과 10% 염산(140g)의 혼합물에, 5 내지 10℃의 범위 내에서 36% 아질산나트륨 수용액(21.1g)을 적하하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 1시간 교반했다. 이 혼합물에 슬파민산(1.84g)을 첨가하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 20분간 교반함으로써 디아조 성분 용액(D3)을 얻었다.

[0442] [화 22]



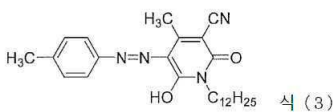
[0443]

[0444] 3-B. 커플링 반응에 의한 황색 염료 화합물(3)의 합성

[0445] (공정 2)

[0446] 디아조 성분 용액으로서 디아조 성분 용액(D1) 대신에 디아조 성분 용액(D3)을 사용하는 것 이외는 합성예 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(3)으로 나타내어지는 황색 염료 화합물(30.0g, 수율 68.8%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 437(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0447] [화 23]



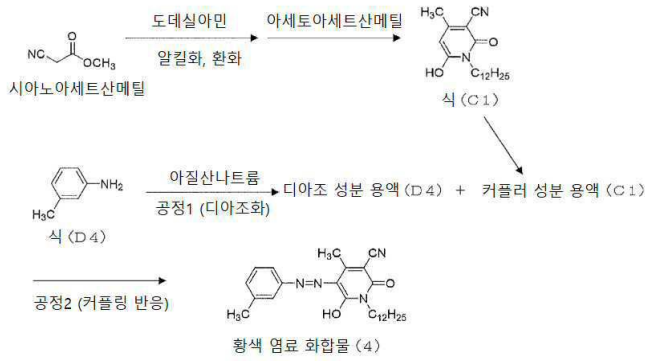
[0448]

[0449] (합성예 4)

[0450] [황색 염료 화합물(4)의 합성]

[0451] 황색 염료 화합물(4)는, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

[0452] [화 24]



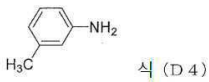
[0453]

[0454] 4-A. 디아조 성분 용액의 조제

[0455] (공정 1)

[0456] 하기 식(D4)로 나타내어지는 m-톨루이딘(10.7g)과 10% 염산(140g)의 혼합물에, 5 내지 10℃의 범위 내에서 36% 아질산나트륨 수용액(21.1g)을 적하하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 1시간 교반했다. 이 혼합물에 술파민산(1.84g)을 첨가하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 20분간 교반함으로써 디아조 성분 용액(D4)를 얻었다.

[0457] [화 25]



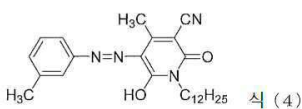
[0458]

[0459] 4-B. 커플링 반응에 의한 황색 염료 화합물(4)의 합성

[0460] (공정 2)

[0461] 디아조 성분 용액으로서 디아조 성분 용액(D1) 대신에 디아조 성분 용액(D4)를 사용하는 것 이외는 합성예 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(4)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(30.1g, 수율 69.0%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 437(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0462] [화 26]



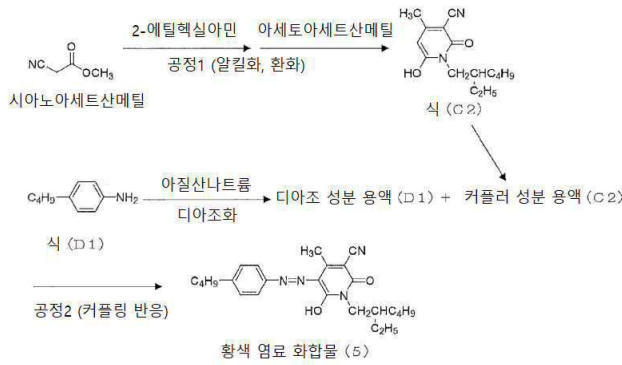
[0463]

[0464] (합성예 5)

[0465] [황색 염료 화합물(5)의 합성]

[0466] 황색 염료 화합물(5)는, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

[0467] [화 27]



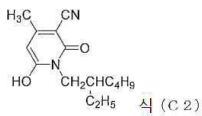
[0468]

[0469] 5-A. 커플러 화합물(C2)의 합성 및 커플러 성분 용액의 조제

[0470] (공정 1)

[0471] 도데실아민 대신에 2-에틸헥실아민(12.9g)을 사용하는 것 이외는 합성에 1의 공정 1과 마찬가지로 하여, 식(C2)의 화합물로 이루어지는 커플러 성분 용액(C2)를 얻었다.

[0472] [화 28]



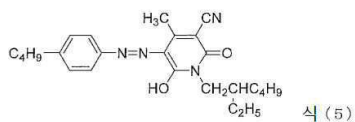
[0473]

[0474] 5-B. 커플링 반응에 의한 황색 염료 화합물(5)의 합성

[0475] (공정 2)

[0476] 커플러 성분 용액으로서 커플러 성분 용액(C1) 대신에 커플러 성분 용액(C2)를 사용하는 것 이외는 합성에 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(5)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(20.5g, 수율 48.5%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 423(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0477] [화 29]



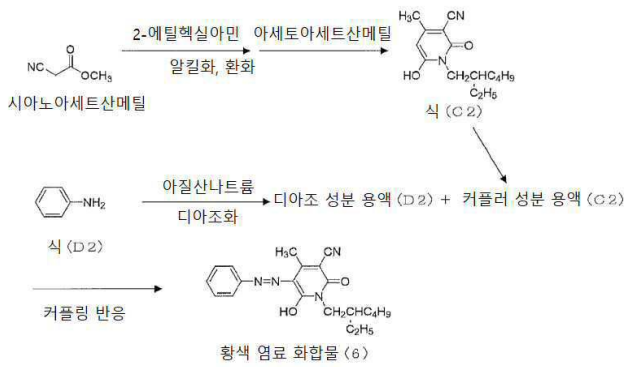
[0478]

[0479] (합성에 6)

[0480] [황색 염료 화합물(6)의 합성]

[0481] 황색 염료 화합물(6)은, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

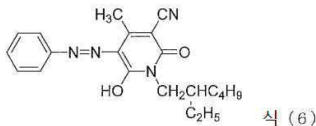
[0482] [화 30]



[0483]

[0484] 디아조 성분 용액으로서 디아조 성분 용액(D1) 대신에 디아조 성분 용액(D2)를 사용하는 것, 커플러 성분 용액으로서 커플러 성분 용액(C1) 대신에 커플러 성분 용액(C2)를 사용하는 것 이외는 합성예 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(6)으로 나타내어지는 황색 염료 화합물(22.5g, 수율 61.3%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 367(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0485] [화 31]



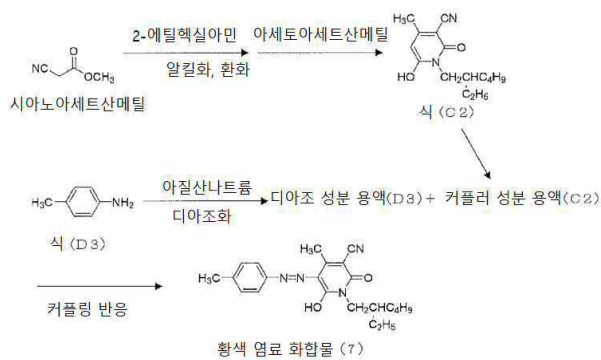
[0486]

[0487] (합성예 7)

[0488] [황색 염료 화합물(7)의 합성]

[0489] 황색 염료 화합물(7)은, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

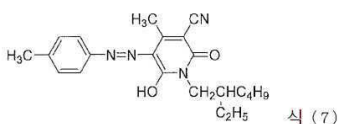
[0490] [화 32]



[0491]

[0492] 디아조 성분 용액으로서 디아조 성분 용액(D1) 대신에 디아조 성분 용액(D3)을 사용하는 것, 커플러 성분 용액으로서 커플러 성분 용액(C1) 대신에 커플러 성분 용액(C2)를 사용하는 것 이외는 합성예 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(7)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(24.4g, 수율 64.2%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 381(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0493] [화 33]



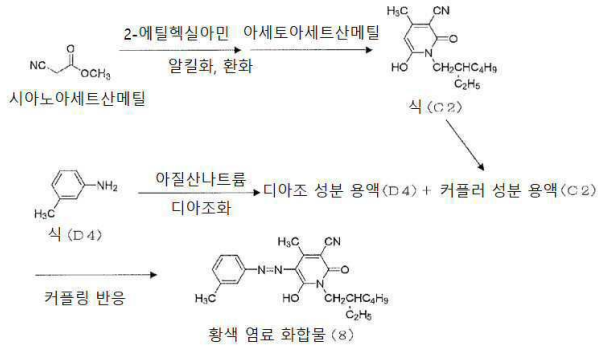
[0494]

[0495] (합성예 8)

[0496] [황색 염료 화합물(8)의 합성]

[0497] 황색 염료 화합물(8)은, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

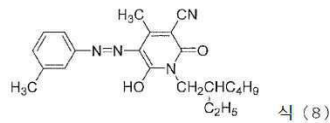
[0498] [화 34]



[0499]

[0500] 디아조 성분 용액으로서 디아조 성분 용액(D1) 대신에 디아조 성분 용액(D4)를 사용하는 것, 커플러 성분 용액으로서 커플러 성분 용액(C1) 대신에 커플러 성분 용액(C2)를 사용하는 것 이외는 합성예 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(8)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(22.8g, 수율 60.0%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 381(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0501] [화 35]



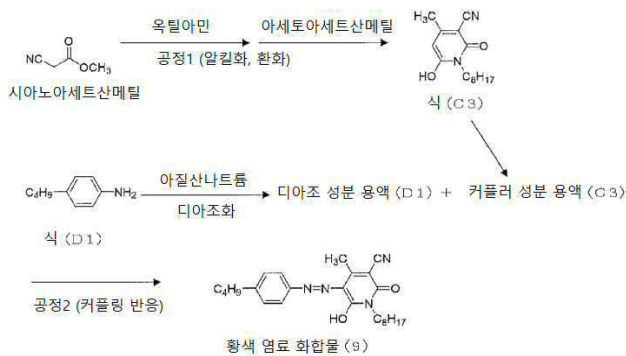
[0502]

[0503] (합성예 9)

[0504] [황색 염료 화합물(9)의 합성]

[0505] 황색 염료 화합물(9)는, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

[0506] [화 36]



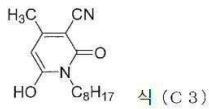
[0507]

[0508] 9-A. 커플러 화합물(C3)의 합성 및 커플러 성분 용액의 조제

[0509] (공정 1)

[0510] 도데실아민 대신에 옥틸아민(12.9g)을 사용하는 것 이외는 합성예 1의 공정 1과 마찬가지로 하여, 식(C3)의 화합물로 이루어지는 커플러 성분 용액(C3)을 얻었다.

[0511] [화 37]



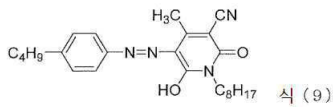
[0512]

[0513] 9-B. 커플링 반응에 의한 황색 염료 화합물(9)의 합성

[0514] (공정 2)

[0515] 커플러 성분 용액으로서 커플러 성분 용액(C1) 대신에 커플러 성분 용액(C3)을 사용하는 것 이외는 합성에 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(9)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(14.6g, 수율 34.6%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 423(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0516] [화 38]



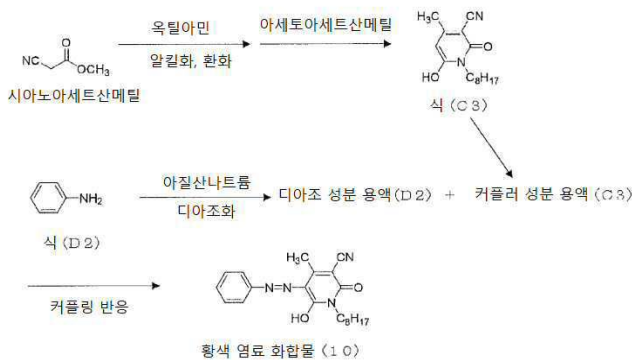
[0517]

[0518] (합성에 10)

[0519] [황색 염료 화합물(10)의 합성]

[0520] 황색 염료 화합물(10)은, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

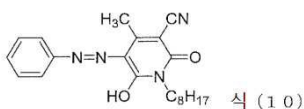
[0521] [화 39]



[0522]

[0523] 디아조 성분 용액으로서 디아조 성분 용액(D1) 대신에 디아조 성분 용액(D2)를 사용하는 것, 커플러 성분 용액으로서 커플러 성분 용액(C1) 대신에 커플러 성분 용액(C3)을 사용하는 것 이외는 합성에 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(10)으로 나타내어지는 황색 염료 화합물(11.5g, 수율 31.4%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 367(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0524] [화 40]



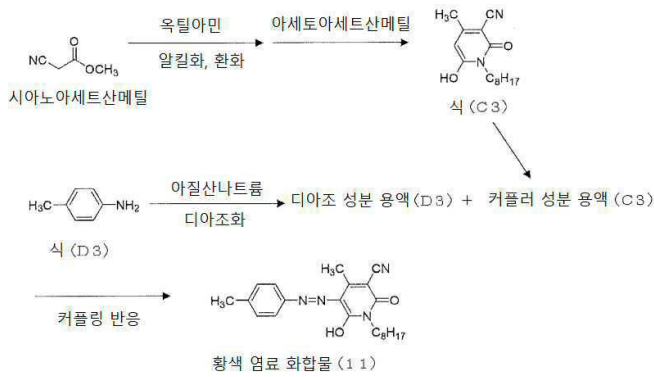
[0525]

[0526] (합성에 11)

[0527] [황색 염료 화합물(11)의 합성]

[0528] 황색 염료 화합물(11)은, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

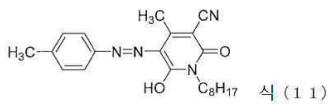
[0529] [화 41]



[0530]

[0531] 디아조 성분 용액으로서 디아조 성분 용액(D1) 대신에 디아조 성분 용액(D3)을 사용하는 것, 커플러 성분 용액으로서 커플러 성분 용액(C1) 대신에 커플러 성분 용액(C3)을 사용하는 것 이외는 합성예 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(11)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(14.5g, 수율 38.2%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 381(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0532] [화 42]



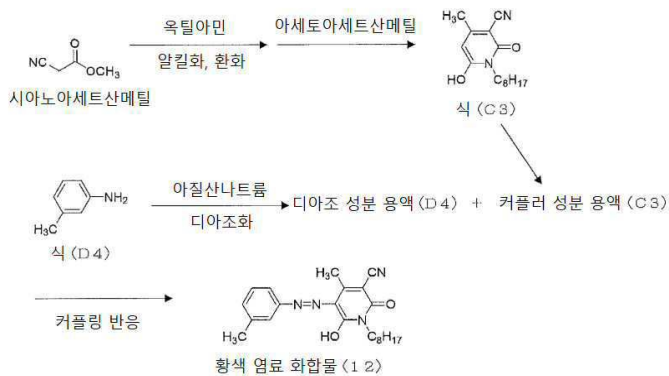
[0533]

[0534] (합성예 12)

[0535] [황색 염료 화합물(12)의 합성]

[0536] 황색 염료 화합물(12)는, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

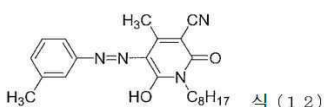
[0537] [화 43]



[0538]

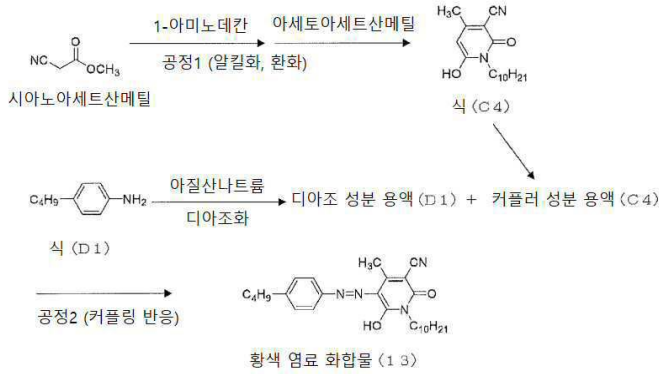
[0539] 디아조 성분 용액으로서 디아조 성분 용액(D1) 대신에 디아조 성분 용액(D4)를 사용하는 것, 커플러 성분 용액으로서 커플러 성분 용액(C1) 대신에 커플러 성분 용액(C3)을 사용하는 것 이외는 합성예 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(12)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(12.2g, 수율 32.1%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 381(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0540] [화 44]



[0541]

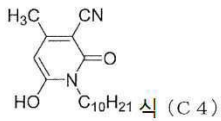
- [0542] (합성예 13)
- [0543] [황색 염료 화합물(13)의 합성]
- [0544] 황색 염료 화합물(13)은, 하기 스킴에 따라서 제조했다.
- [0545] [화 45]



- [0546]
- [0547] 13-A. 커플러 화합물(C4)의 합성 및 커플러 성분 용액의 조제
- [0548] (공정 1)

[0549] 도데실아민 대신에 1-아미노데칸(15.7g)을 사용하는 것 이외는 합성예 1의 공정 1과 마찬가지로 하여, 식(C4)의 화합물로 이루어지는 커플러 성분 용액(C4)를 얻었다.

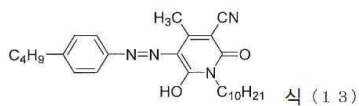
- [0550] [화 46]



- [0551]
- [0552] 13-B. 커플링 반응에 의한 황색 염료 화합물(13)의 합성
- [0553] (공정 2)

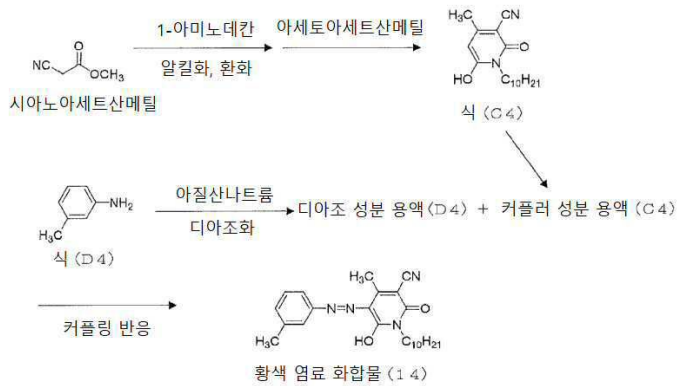
[0554] 커플러 성분 용액으로서 커플러 성분 용액(C1) 대신에 커플러 성분 용액(C4)를 사용하는 것 이외는 합성예 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(13)으로 나타내어지는 황색 염료 화합물(32.0g, 수율 71.2%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 451(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

- [0555] [화 47]



- [0556]
- [0557] (합성예 14)
- [0558] [황색 염료 화합물(14)의 합성]
- [0559] 황색 염료 화합물(14)는, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

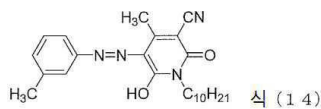
[0560] [화 48]



[0561]

[0562] 디아조 성분 용액으로서 디아조 성분 용액(D1) 대신에 디아조 성분 용액(D4)를 사용하는 것, 커플러 성분 용액으로서 커플러 성분 용액(C1) 대신에 커플러 성분 용액(C4)를 사용하는 것 이외는 합성예 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(14)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(29.0g, 수율 71.0%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 409(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0563] [화 49]



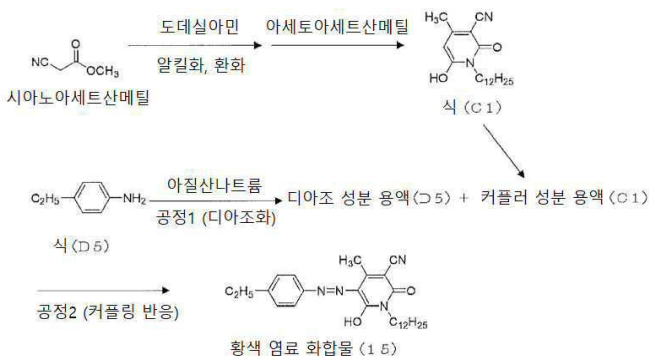
[0564]

[0565] (합성예 15)

[0566] [황색 염료 화합물(15)의 합성]

[0567] 황색 염료 화합물(15)는, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

[0568] [화 50]



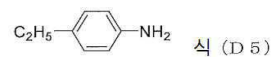
[0569]

[0570] 15-A. 디아조 성분 용액의 조제

[0571] (공정 1)

[0572] 하기 식(D5)로 나타내어지는 4-에틸아닐린(12.1g)과 10% 염산(140g)의 혼합물에, 5 내지 10℃의 범위 내에서 36% 아질산나트륨 수용액(21.1g)을 적하하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 1시간 교반했다. 이 혼합물에 술파민산(1.84g)을 첨가하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 20분간 교반함으로써 디아조 성분 용액(D5)를 얻었다.

[0573] [화 51]



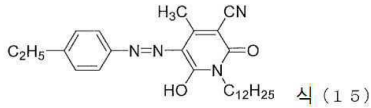
[0574]

[0575] 15-B. 커플링 반응에 의한 황색 염료 화합물(15)의 합성

[0576] (공정 2)

[0577] 디아조 성분 용액으로서 디아조 성분 용액(D1) 대신에 디아조 성분 용액(D5)를 사용하는 것 이외는 합성예 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(15)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(31.7g, 수율 70.4%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 451(M⁺))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0578] [화 52]



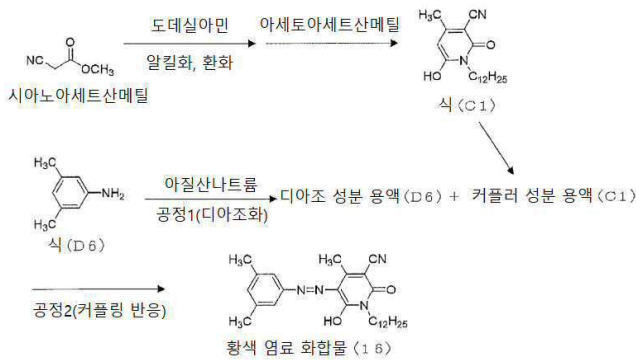
[0579]

[0580] (합성예 16)

[0581] [황색 염료 화합물(16)의 합성]

[0582] 황색 염료 화합물(16)은, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

[0583] [화 53]



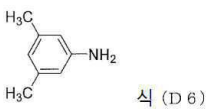
[0584]

[0585] 16-A. 디아조 성분 용액의 조제

[0586] (공정 1)

[0587] 하기 식(D6)으로 나타내어지는 3,5-디메틸아닐린(12.1g)과 10% 염산(140g)의 혼합물에, 5 내지 10℃의 범위 내에서 36% 아질산나트륨 수용액(21.1g)을 적하하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 1시간 교반했다. 이 혼합물에 술폰산(1.84g)을 첨가하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 20분간 교반함으로써 디아조 성분 용액(D6)을 얻었다.

[0588] [화 54]



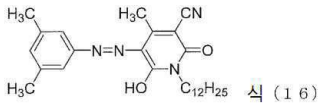
[0589]

[0590] 16-B. 커플링 반응에 의한 황색 염료 화합물(16)의 합성

[0591] (공정 2)

[0592] 디아조 성분 용액으로서 디아조 성분 용액(D1) 대신에 디아조 성분 용액(D6)을 사용하는 것 이외는 합성예 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(16)으로 나타내어지는 황색 염료 화합물(21.0g, 수율 46.7%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 451(M⁺))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0593] [화 55]



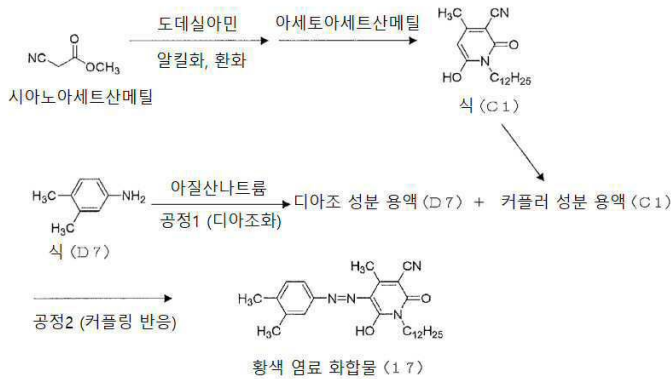
[0594]

[0595] (합성예 17)

[0596] [황색 염료 화합물(17)의 합성]

[0597] 황색 염료 화합물(17)은, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

[0598] [화 56]



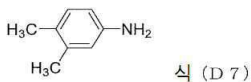
[0599]

[0600] 17-A. 디아조 성분 용액의 조제

[0601] (공정 1)

[0602] 하기 식(D7)로 나타내어지는 3,4-디메틸아닐린(12.1g)과 10% 염산(140g)의 혼합물에, 5 내지 10℃의 범위 내에서 36% 아질산나트륨 수용액(21.1g)을 적하하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 1시간 교반했다. 이 혼합물에 슬퍼민산(1.84g)을 첨가하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 20분간 교반함으로써 디아조 성분 용액(D7)을 얻었다.

[0603] [화 57]



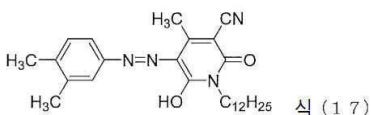
[0604]

[0605] 17-B. 커플링 반응에 의한 황색 염료 화합물(17)의 합성

[0606] (공정 2)

[0607] 디아조 성분 용액으로서 디아조 성분 용액(D1) 대신에 디아조 성분 용액(D7)을 사용하는 것 이외는 합성예 1의 공정 3과 마찬가지로 하여, 하기 식(17)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(33.7g, 수율 74.8%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 451(M⁺))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0608] [화 58]



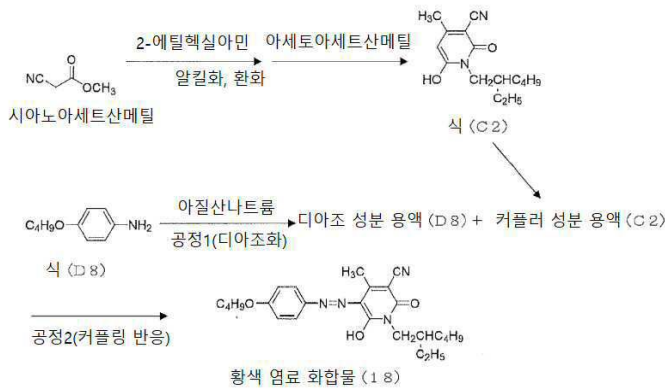
[0609]

[0610] (합성예 18)

[0611] [황색 염료 화합물(18)의 합성]

[0612] 황색 염료 화합물(18)은, 하기 스킴에 따라서 제조했다.

[0613] [화 59]



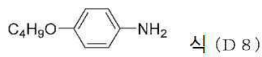
[0614]

[0615] 18-A. 디아조 성분 용액의 조제

[0616] (공정 1)

[0617] 하기 식(D8)로 나타내어지는 4-부톡시아닐린(16.5g)과 10% 염산(140g)의 혼합물에, 5 내지 10℃의 범위 내에서 36% 아질산나트륨 수용액(21.1g)을 적하하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 1시간 교반했다. 이 혼합물에 술폰산(1.84g)을 첨가하고, 5 내지 10℃의 범위 내에서 20분간 교반함으로써 디아조 성분 용액(D8)을 얻었다.

[0618] [화 60]



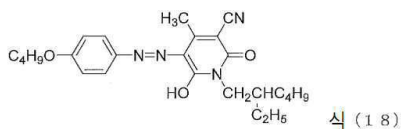
[0619]

[0620] 18-B. 커플링 반응에 의한 황색 염료 화합물(18)의 합성

[0621] (공정 2)

[0622] 상기 공정 1에서 얻어진 디아조 성분 용액(D8)을, 커플러 성분 용액(C2)에, 0 내지 10℃의 범위 내에서 1시간 걸쳐서 적하하고, 커플링 반응을 행했다. 이 혼합물을 0 내지 10℃의 범위 내에서 30분간 교반한 후, 물 500g을 첨가했다. 이 반응 혼합물로부터 생성물을 여별하고, 물로 세정하고, 수분이 1.0wt% 이하로 될 때까지 60℃에서 건조하여 하기 식(18)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(14.6g, 수율 33.3%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 439(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0623] [화 61]



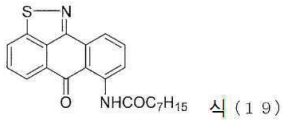
[0624]

[0625] [합성예 19]

[0626] [황색 염료 화합물(19)의 합성]

[0627] 5-아미노-안트라[9,1-cd]이소티아졸-6-온(25.2g)과 톨루엔(120g)과 피리딘(9.49g)의 혼합물에 n-옥타노일클로라이드(19.5g)를 적하한 후, 110℃로 승온하고, 1시간 교반했다. 이 혼합물을 실온까지 냉각 후, 메탄올(150g)을 첨가함으로써 침전을 석출시켰다. 이 혼합물을 여별하고, 여과 잔여물을 메탄올로 세정하고, 수분이 1.0wt% 이하로 될 때까지 60℃에서 건조하여 하기 식(19)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(31.8g, 수율 83.9%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 379(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0628] [화 62]



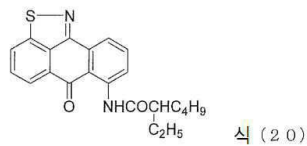
[0629]

[0630] (합성예 20)

[0631] [황색 염료 화합물(20)의 합성]

[0632] n-옥타노일클로라이드 대신에 2-에틸헥사노일클로라이드(19.5g)을 사용하는 것 이외는 합성예 19와 마찬가지로 하여, 하기 식(20)으로 나타내어지는 황색 염료 화합물(33.1g, 수율 87.3%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 379(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0633] [화 63]



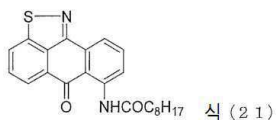
[0634]

[0635] (합성예 21)

[0636] [황색 염료 화합물(21)의 합성]

[0637] n-옥타노일클로라이드 대신에 n-노나노일클로라이드(21.2g)을 사용하는 것 이외는 합성예 19와 마찬가지로 하여, 하기 식(21)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(31.0g, 수율 78.9%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 393(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0638] [화 64]



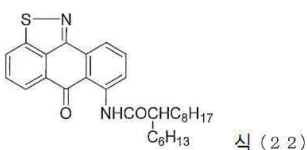
[0639]

[0640] (합성예 22)

[0641] [황색 염료 화합물(22)의 합성]

[0642] 2-헥실데칸산(30.8g)과 톨루엔(30g)의 혼합물에 염화티오닐(14.3g)과 톨루엔(20g)의 혼합물을 적하했다. 이 혼합물에 피리딘(9.49g)과 톨루엔(30g)의 혼합물을 1시간 걸쳐서 천천히 적하한 후, 110℃로 승온하고, 1시간 교반했다. 반응 혼합물을 실온까지 냉각 후, 상기 반응 혼합물에 5-아미노-안트라[9,1-cd]이소티아졸-6-온(25.2g)과 톨루엔(30g)의 혼합물을 적하했다. 반응 혼합물을 110℃로 승온하여 2시간 교반 후, 혼합물로부터 용매를 감압 증류 제거하고, 잔사에 메탄올(100g)을 첨가함으로써 침전을 석출시켰다. 이 혼합물을 여별하고, 여과 잔여물을 메탄올, 이어서 물로 세정하고, 수분이 1.0wt% 이하로 될 때까지 60℃에서 건조하여 하기 식(22)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(36.7g, 수율 74.7%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 491(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0643] [화 65]



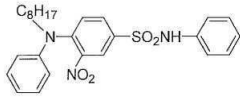
[0644]

[0645] (합성예 23)

[0646] [황색 염료 화합물(23)의 합성]

[0647] 4-(아닐리노)-3-니트로-N-페닐벤젠술폰아미드(9.84g)과 DMF(15.7g)과 탄산칼륨(3.68g)과 1-브로모옥탄(7.73g)의 혼합물을 80℃로 승온하고, 2시간 교반했다. 반응 혼합물을 실온까지 냉각 후, 거기에 물 100g을 부가하여 고체를 석출시켰다. 이 혼합물을 여별하고, 여과 잔여물을 메탄올, 이어서 물로 세정하고, 수분이 1.0wt% 이하로 될 때까지 60℃에서 건조하여 하기 식(23)으로 나타내어지는 황색 염료 화합물(11.9g, 수율 92.8%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 482(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0648] [화 66]



식 (23)

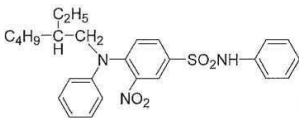
[0649]

[0650] (합성예 24)

[0651] [황색 염료 화합물(24)의 합성]

[0652] 1-브로모옥탄 대신에 1-브로모-2-에틸헥산(7.73g)을 사용하는 것 이외는 합성예 23과 마찬가지로 하여, 하기 식(24)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(11.5g, 수율 89.7%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 482(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0653] [화 67]



식 (24)

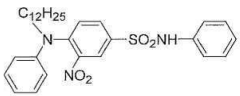
[0654]

[0655] (합성예 25)

[0656] [황색 염료 화합물(25)의 합성]

[0657] 1-브로모옥탄 대신에 1-브로모데칸(9.98g)을 사용하는 것 이외는 합성예 23과 마찬가지로 하여, 하기 식(25)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(14.2g, 수율 99.4%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 538(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0658] [화 68]



식 (25)

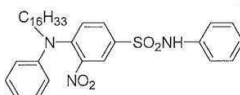
[0659]

[0660] (합성예 26)

[0661] [황색 염료 화합물(26)의 합성]

[0662] 1-브로모옥탄 대신에 1-브로모헥사데칸(12.2g)을 사용하는 것 이외는 합성예 23과 마찬가지로 하여, 하기 식(26)으로 나타내어지는 황색 염료 화합물(15.5g, 수율 98.5%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 594(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0663] [화 69]



식 (26)

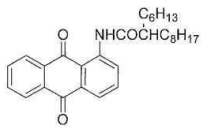
[0664]

[0665] (합성예 27)

[0666] [황색 염료 화합물(27)의 합성]

[0667] 2-헥실데칸산(30.8g)과 톨루엔(30g)의 혼합물에 염화티오닐(14.3g)과 톨루엔(20g)의 혼합물을 적하였다. 이 혼합물에 피리딘(9.49g)과 톨루엔(30g)의 혼합물을 1시간 걸쳐서 천천히 적하한 후, 110℃로 승온하고, 1시간 교반했다. 반응 혼합물을 실온까지 냉각 후, 거기에 1-아미노안트라퀴논(22.3g)과 톨루엔(30g)의 혼합물을 첨가했다. 반응 혼합물을 110℃로 승온하여 2시간 교반 후, 실온까지 냉각하고, 24% 수산화나트륨 수용액 10g을 첨가하고, 물 200g을 첨가하여 유기층을 추출했다. 이 추출물을 포화 식염수로 세정한 후, 용매를 감압 증류 제거하고, 잔사에 메탄올(200g)을 첨가함으로써 침전을 석출시켰다. 이 혼합물을 여별하고, 여과 잔여물을 메탄올, 이어서 물로 세정하고, 수분이 1.0wt% 이하로 될 때까지 60℃에서 건조하여 하기 식(27)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(41.0g, 수율 88.7%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 462(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0668] [화 70]



식 (27)

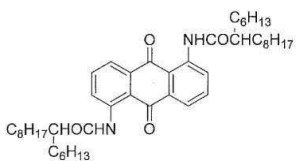
[0669]

[0670] (합성예 28)

[0671] [황색 염료 화합물(28)의 합성]

[0672] 2-헥실데칸산(61.6g)과 톨루엔(60g)의 혼합물에 염화티오닐(28.6g)과 톨루엔(40g)의 혼합물을 적하였다. 이 혼합물에 피리딘(19.0g)과 톨루엔(60g)의 혼합물을 1시간 걸쳐서 천천히 적하한 후, 110℃로 승온하고, 1시간 교반했다. 반응 혼합물을 실온까지 냉각 후, 거기에 1,5-디아미노안트라퀴논(23.8g)과 톨루엔(30g)의 혼합물을 첨가했다. 반응 혼합물을 110℃로 승온하여 2시간 교반 후, 실온까지 냉각하고, 24% 수산화나트륨 수용액 20g을 첨가하고, 물 300g을 첨가하여 유기층을 추출했다. 이 추출물을 포화 식염수로 세정한 후, 용매를 감압 증류 제거하고, 잔사에 메탄올(300g)을 첨가함으로써 침전을 석출시켰다. 이 혼합물을 여별하고, 여과 잔여물을 메탄올, 이어서 물로 세정하고, 수분이 1.0wt% 이하로 될 때까지 60℃에서 건조하여 하기 식(28)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(22.6g, 수율 31.6%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 715(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0673] [화 71]



식 (28)

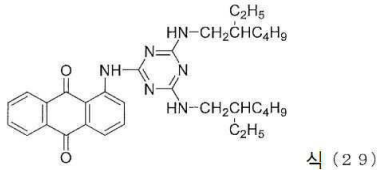
[0674]

[0675] (합성예 29)

[0676] [황색 염료 화합물(29)의 합성]

[0677] 1-아미노안트라퀴논(22.3g)과 시아누르산클로라이드(18.4g)과 N-메틸-2-피롤리돈(NMP)(100g)의 혼합물을 60℃로 승온하고, 2시간 교반했다. 반응 혼합물을 실온까지 냉각하고, 물 200g을 첨가하여 침전을 석출시켰다. 이 혼합물을 여별하고, 여과 잔여물을 물로 세정하고, 수분이 1.0wt% 이하로 될 때까지 60℃에서 건조했다. 얻어진 고체에 DMF(60g)과 트리에틸아민(8.1g)과 2-에틸헥실아민(12.4g)을 첨가하여 90℃로 승온하고, 2시간 교반했다. 혼합물을 실온까지 냉각하고, 30% 황산 20g, 이어서 물 100g을 첨가하여 침전을 석출시켰다. 이 혼합물을 여별하고, 여과 잔여물을 물로 세정했다. 이 조성성물에 메탄올(60g)을 첨가하고, 60℃에서 30분 교반했다. 실온까지 냉각한 후, 이 혼합물을 여별하고, 여과 잔여물을 메탄올, 이어서 물로 세정하고, 수분이 1.0wt% 이하로 될 때까지 60℃에서 건조하여 하기 식(29)로 나타내어지는 황색 염료 화합물(14.4g, 수율 25.9%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 557(M^+))에 의해, 그 구조를 확인했다.

[0678] [화 72]



[0679]

[0680] (합성예 30)

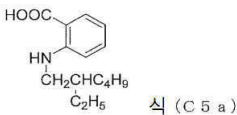
[0681] [황색 염료 화합물(30)의 합성]

[0682] 30-A. 커플러 화합물(C5)의 합성 및 커플러 성분 용액의 조제

[0683] (공정 1)

[0684] 2-클로로벤조산(15.6g)과 탄산칼륨(13.8g)과 염화구리(300mg)과 DMF(80g)과 에틸헥실아민(15.5g)의 혼합물을 100℃로 승온하고, 16시간 교반했다. 반응 혼합물을 실온까지 냉각하고, 30% 황산 50g, 물 100g, 아세트산에틸 200g을 첨가했다. 이 혼합물을 여별하고, 여과 잔여물을 물, 아세트산에틸로 세정했다. 이 여과액으로부터 유기층을 추출하고, 유기층을 포화 식염수로 세정한 후, 용매를 감압 증류 제거하는 것에 의해 하기 식(C5a)로 나타내어지는 2-에틸헥실아미노벤조산 (28.9g, 수율 116%)을 조생성물로서 얻었다.

[0685] [화 73]

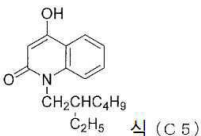


[0686]

[0687] (공정 2)

[0688] 상기 공정 1에서 얻어진 2-에틸헥실아미노벤조산(28.9g)과 무수아세트산(50g)과 아세트산(50g)의 혼합물을 110℃로 승온하고, 7시간 교반했다. 반응 혼합물을 실온까지 냉각한 후, 물 200g, 아세트산에틸 200g을 첨가하여 유기층을 추출하고, 유기층을 포화 식염수로 세정한 후, 용매를 감압 증류 제거하는 것에 의해 하기 식(C5)로 나타내어지는 4-하이드록시-1-(2-에틸헥실)퀴놀린-2-온(36.7g, 수율 134%)을 조생성물로서 얻었다. 이 조생성물에 메탄올 100g을 첨가하고, 5℃로 냉각함으로써 식(C5)의 화합물로 이루어지는 커플러 성분 용액(C5)를 얻었다.

[0689] [화 74]



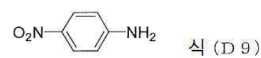
[0690]

[0691] 30-B. 디아조 성분 용액의 조제

[0692] (공정 3)

[0693] 농황산(34g)과 43% 니트로실황산(29.3g)의 혼합물에, 하기 식(D9)로 나타내어지는 4-니트로아닐린(13.8g)을 30 내지 35℃의 범위 내에서 첨가하고, 동일 온도 하에서 2시간 교반함으로써 디아조 성분 용액(D9)를 얻었다.

[0694] [화 75]



[0695]

[0696] 30-C. 커플링 반응에 의한 황색 염료 화합물(30)의 합성

[0697] (공정 4)

[0698] 상기 공정 3에서 얻어진 디아조 성분 용액(D9)를, 상기 공정 1에서 얻어진 커플러 성분 용액(C5)에, 0 내지 10

℃의 범위 내에서 트리에틸아민(120g)을 적절히 첨가하면서 1시간 걸쳐서 적하하고, 커플링 반응을 행했다. 이 혼합물을 0 내지 10℃의 범위 내에서 30분간 교반한 후, 이 반응 혼합물로부터 생성물을 여별하고, 메탄올, 이어서 물로 세정했다. 이 조생성물에 메탄올(80g)을 첨가하고, 60℃에서 30분 교반했다. 실온까지 냉각한 후, 이 혼합물을 여별하고, 여과 잔여물을 메탄올, 이어서 물로 세정하고, 수분이 1.0wt% 이하로 될 때까지 60℃에서 건조하여 하기 식(30)으로 나타내어지는 황색 염료 화합물(10.2g, 수율 24.2%)을 얻었다. 상기 황색 염료 화합물은 LCMS 분석(m/z 423(M⁺))에 의해, 그 구조를 확인했다.

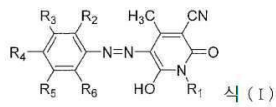
[0699] [화 76]



[0700]

[0701] 합성예에서 기재한 염료 화합물을 표 1 내지 표 2에 나타낸다.

[0702] [표 1]



합성예	염료 화합물	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆
1	1	C ₁₂ H ₂₅	H	H	C ₄ H ₉	H	H
2	2	C ₁₂ H ₂₅	H	H	H	H	H
3	3	C ₁₂ H ₂₅	H	H	CH ₃	H	H
4	4	C ₁₂ H ₂₅	H	H	H	CH ₃	H
5	5	CH ₂ CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	H	H	C ₄ H ₉	H	H
6	6	CH ₂ CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	H	H	H	H	H
7	7	CH ₂ CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	H	H	CH ₃	H	H
8	8	CH ₂ CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	H	H	H	CH ₃	H
9	9	C ₈ H ₁₇	H	H	C ₄ H ₉	H	H
10	10	C ₈ H ₁₇	H	H	H	H	H
11	11	C ₈ H ₁₇	H	H	CH ₃	H	H
12	12	C ₉ H ₁₇	H	H	H	CH ₃	H
13	13	C ₁₀ H ₂₁	H	H	C ₄ H ₉	H	H
14	14	C ₁₀ H ₂₁	H	H	H	CH ₃	H
15	15	C ₁₂ H ₂₅	H	H	C ₂ H ₅	H	H
16	16	C ₁₂ H ₂₅	H	CH ₃	H	CH ₃	H
17	17	C ₁₂ H ₂₅	H	H	CH ₃	CH ₃	H
18	18	CH ₂ CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	H	H	OC ₄ H ₉	H	H

[0703]

[0704] [표 2]

합성여	염료 화합물	구조식
19	19	
20	20	
21	21	
22	22	
23	23	
24	24	
25	25	
26	26	
27	27	
28	28	
29	29	
30	30	

[0705]

[0706] <염색예>

[0707] 표 1 내지 표 2에 기재한 염료 화합물을 사용하여 초임계 이산화탄소 염색법에 의해 폴리프로필렌 천, 또는 폴리에틸렌 천의 염색을 행했다.

[0708] (폴리프로필렌 천의 초임계 이산화탄소 염색)

[0709] (염색예 P1)

[0710] 염색에 사용한 초임계 이산화탄소 염색 장치를 도 1에 나타낸다.

[0711] 염색 장치는, 액체 CO₂ 분배(1), 필터(2), 냉각 채킷(3), 냉각기(4), 고압 펌프(5), 예열기(6), 압력 게이지(7 내지 9), 자기(磁氣) 구동부(10), DC 모터(11), 안전 밸브(12, 13), 정지 밸브(14 내지 18), 니들 밸브(19), 가열기(20)로 구성된다.

[0712] 폴리프로필렌 천을 약 50 내지 70g으로 절단 및 칭량하고, 내측으로부터 면포, 폴리프로필렌 천, 면포의 순서로 펀치 구멍을 가지는 스테인레스 실린더(21)에 감은 후, 면사로 느슨하게 고정했다. 내측의 면포는 언더 클로스, 외측의 면포는 커버 클로스이다.

[0713] 내압 스테인레스 탱크(22)에, 전술한 천 시료(면포, 폴리프로필렌 천, 면포)를 둘러감은 스테인레스 실린더를 고정하고, 폴리프로필렌 천의 질량에 대하여 0.3질량%에 상당하는 합성예 1에서 얻어진 황색 염료 화합물 1을 페이퍼 와이프에 싸고, 스테인레스 실린더 상부의 유체 통로에 두었다. 내압 스테인레스 탱크의 용적은 2230cm³였다. 염색 장치 내의 밸브를 모두 닫고, 예열기에 의해 120℃까지 가열했다.

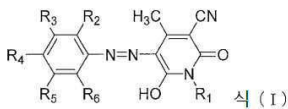
[0714] 염색 온도에 도달한 후, 정지 밸브(14 및 16)를 열고, 내압 스테인레스 탱크 내에 냉각 재킷을 통한 고압 펌프를 이용하여 액체 이산화탄소 1.13kg을 유입했다. 그 후, 정지 밸브(14 및 16)를 닫고, 내압 스테인레스 탱크 내 하부의 임펠러와 자기 구동부에서 순환시켰다. 자기 구동부의 회전 속도는 750rpm, 순환 방향은 실린더의 내측으로부터 외측 방향이다.

[0715] 내압 스테인레스 탱크 내가 소정의 온도, 압력(120℃, 25MPa)에 도달한 후, 이 온도, 압력 조건을 60분간 유지함으로써 폴리프로필렌 천을 염색했다. 염색 후, 정지 밸브(18)를 열고 니들 밸브를 서서히 열어 내압 스테인레스 탱크 내의 이산화탄소를 방출하고, 내압 스테인레스 탱크 내 압력을 25MPa로부터 대기압까지 저하시켰다. 순환은 이산화탄소의 임계압(약 8MPa)으로 될 때까지 계속했다. 그 후 내압 스테인레스 탱크 내의 폴리프로필렌 황색 염색포를 꺼냈다.

[0716] (염색예 P2 내지 P26)

[0717] 염색예 P1에 기재하는 황색 염료 화합물 1을 표 1 내지 표 2에 기재한 염료 화합물로 변경한 것 이외는, 염색예 P1과 마찬가지로의 염색 순서에 의해 폴리프로필렌 황색 염색포를 얻었다. 염색예 P1 내지 P26에서 사용한 염료 화합물을 표 3 내지 표 4에 나타낸다.

[0718] [표 3]



염색예	염료 화합물	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆
P1	1	C ₁₂ H ₂₅	H	H	C ₄ H ₉	H	H
P2	2	C ₁₂ H ₂₅	H	H	H	H	H
P3	3	C ₁₂ H ₂₅	H	H	CH ₃	H	H
P4	4	C ₁₂ H ₂₅	H	H	H	CH ₃	H
P5	5	CH ₂ CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	H	H	C ₄ H ₉	H	H
P6	6	CH ₂ CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	H	H	H	H	H
P7	7	CH ₂ CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	H	H	CH ₃	H	H
P8	8	CH ₂ CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	H	H	H	CH ₃	H
P9	9	C ₈ H ₁₇	H	H	C ₄ H ₉	H	H
P10	13	C ₁₀ H ₂₁	H	H	C ₄ H ₉	H	H
P11	14	C ₁₀ H ₂₁	H	H	H	CH ₃	H
P12	15	C ₁₂ H ₂₅	H	H	C ₂ H ₅	H	H
P13	16	C ₁₂ H ₂₅	H	CH ₃	H	CH ₃	H
P14	17	C ₁₂ H ₂₅	H	H	CH ₃	CH ₃	H
P15	18	CH ₂ CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	H	H	OC ₄ H ₉	H	H

[0719]

[0720] [표 4]

염색예	염료 화합물	구조식
P16	19	
P17	20	
P18	21	
P19	22	
P20	23	
P21	24	
P22	25	
P23	26	
P24	27	
P25	28	
P26	29	

[0721]

[0722] 염색예 P1 내지 P26에서 얻어진 폴리프로필렌 염색포에 대하여, 염색성 평가, 내광 견뢰도 시험, 승화 견뢰도 시험, 세탁 견뢰도 시험, 땀 견뢰도 시험, 마찰 견뢰도 시험 및 핫 프레싱에 대한 견뢰도 시험을 행했다.

[0723] (1) 염색성 평가

[0724] 염색성은 염색포의 측색에 의해 얻어진 TotalK/S값, K/S값(극대 과장에서 측정) 및 염색 후의 염료 잔사를 육안에 의해 평가했다. 염색포의 측색은 적분구 분광 광도계 Color-Eye 5(그레타그맥베스사 제조)를 사용하고, 백색 지 상에 염색포를 폴로 붙이고, 관찰 광원 D65, 2°C 시야에서 행했다.

[0725] (2) 내광 견뢰도 시험

[0726] 내광 견뢰도 시험은 JIS L0842:2004에 준한 자외선 카본 아크 램프법으로 행했다. 시험 방법의 개략은 다음과 같다. 자외선 페이드 미터 U48(스가 시켄키(주) 제조)를 사용하여, 블랙 패널 온도 63±3°C의 조건 하에서, 염색포에 20시간 노광후, 변퇴색의 판정을 행했다.

[0727] (3) 승화 견뢰도 시험

[0728] 승화 견뢰도 시험은 JIS L0854:2013에 준한 방법으로 행했다. 시험 방법의 개략은 다음과 같다. 염색포를 나일론 천에 끼우고, 12.5kPa의 하중 하에서, 120±2℃에서 80분간 유지 후, 변퇴색 및 나일론 천으로의 오염의 판정을 행했다.

[0729] (4) 세탁 견뢰도 시험

[0730] 세탁 견뢰도 시험은 JIS L0844:2011(A-2호)에 준한 방법으로 행했다. 시험 방법의 개략은 다음과 같다. 염색포에 다섬교직포를 첨부하고, 비누의 존재 하, 50±2℃의 조건 하에서 30분간 세탁을 행하고, 변퇴색 및 다섬교직포의 면 부분과 나일론 부분으로의 오염의 판정을 행했다. 또한 세탁 후의 잔액의 오염의 판정을 행했다.

[0731] (5) 땀 견뢰도 시험

[0732] 땀 견뢰도 시험은 JIS L0848:2004에 준한 방법으로 행했다. 시험 방법의 개략은 다음과 같다. 염색포에 다섬교직포를 첨부하고, 산성 인공 땀액 또는 알카리성 인공 땀액에 30분간 침지한 후, 12.5kPa의 하중 하에서, 37±2℃에서 4시간 유지 후, 60℃ 이하에서 건조하고, 변퇴색 및 다섬교직포의 면 부분과 나일론 부분으로의 오염의 판정을 행했다.

[0733] (6) 마찰 견뢰도 시험

[0734] 마찰 견뢰도 시험은 JIS L0849:2013에 준한 방법으로 행했다. 시험 방법의 개략은 다음과 같다. 마찰 견뢰도 시험기 RT-300((주)다이에이 가가쿠 세이키 세이사쿠쇼 제조)을 이용하여, 염색포를, 건조 상태의 면포 또는 습윤 상태의 면포로 2N의 하중을 걸어 100회 왕복 마찰을 행하고, 면포로의 착색의 판정을 행했다.

[0735] (7) 핫 프레싱에 대한 견뢰도 시험

[0736] 핫 프레싱에 대한 견뢰도 시험은 JIS L0850:2015(A-2호 건조)에 준한 방법으로 행했다. 시험 방법의 개략은 다음과 같다. 면포 위에 염색포를 포개고, 150℃의 가열판에 의해 4±1kPa의 하중 하에서, 15초간 유지 후, 변퇴색 및 면포로의 오염의 판정을 행했다.

[0737] 식(I)의 화합물의 염색예에 대한 평가 결과를 표 5에, 식(I)의 화합물 이외의 염료 화합물의 염색예에 대한 평가 결과를 표 6에 나타낸다.

[0738] [표 5]

염색예		P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	P12	P13	P14	P15
염료 화합물		1	2	3	4	5	6	7	8	9	13	14	15	16	17	18
염색성	Total K/S	114	105	121	138	131	129	138	120	100	103	134	134	141	106	124
	K/S	13.3	12.1	13.7	13.7	14.3	14.6	15.1	12.6	11.7	12.5	13.4	15.9	13.7	10.9	12.9
	측정 파장(nm)	440	430	440	450	440	440	430	450	440	440	430	440	430	430	450
염료 잔사		없음	없음	없음	없음	없음	없음	없음	없음	없음	없음	없음	없음	없음	없음	없음
내광 견뢰도		6	5	5-6	5-6	5	6	6	6	6	6	5-6	5-6	6	4-5	3
승화 견뢰도		4-5	4	4	4-5	4	3-4	3-4	3-4	4	3-4	4	4	4	4	3-4
세탁 견뢰도	변퇴색	5	5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	5	5	4-5	4-5	4-5	4-5	4
	오염	5	5	4-5	5	4-5	4-5	4-5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	4-5
	나일론	5	5	5	5	5	4	5	4-5	5	5	4-5	5	5	5	5
땀 견뢰도 (산성)	잔류액 오염	3-4	2-3	2-3	3	2-3	2	2	2-3	2-3	2-3	2	3	3	2-3	2-3
	변퇴색	5	5	4-5	5	5	4-5	5	5	4-5	5	5	5	5	5	4-5
	오염	5	5	5	5	5	4-5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
땀 견뢰도 (알칼리성)	나일론	5	5	5	5	5	4-5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	변퇴색	5	5	4-5	5	5	4-5	5	5	4-5	5	5	5	5	5	4-5
	오염	5	5	5	5	5	4-5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
마찰 견뢰도	건식	5	5	5	4-5	5	5	5	5	5	5	4-5	5	5	5	4-5
	습식	5	4-5	5	4-5	4-5	5	4-5	5	5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5
핫 프레싱		5	5	5	5	5	4-5	4-5	5	5	5	5	5	5	5	5

[0739]

[0740] [표 6]

염색예		P16	P17	P18	P19	P20	P21	P22	P23	P24	P25	P26
염료 화합물		19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29
염색성	Total K/S	39	38	39	40	19	22	20	18	26	35	10
	K/S	4.8	4.7	4.9	5.1	2.2	2.5	2.3	2.1	3.3	4.2	0.9
	측정 파장(nm)	440	430	430	440	410	410	410	410	420	440	450
	염료 잔사	없음	없음	없음	없음	없음	없음	없음	없음	없음	없음	없음
내광 견뢰도		4	5	4	5	4-5	5	4-5	4-5	3급 미만	3급 미만	3-4
승화 견뢰도		3-4	3-4	3-4	4-5	5	4-5	5	5	5	5	5
세탁 견뢰도	변퇴색	4-5	5	4-5	4-5	5	5	5	5	5	5	4
	오염	면	4-5	4	4-5	5	5	5	5	5	5	5
	나일론	3-4	3-4	3-4	5	5	5	5	5	4-5	5	5
	잔류액 오염	3	2-3	3	4-5	4	4	2-3	2-3	2-3	4-5	4-5
땀 견뢰도 (산성)	변퇴색	4	4	4-5	4-5	5	5	5	5	5	5	4-5
	오염	면	4-5	4-5	4-5	5	5	5	5	5	5	5
	나일론	4-5	4-5	4-5	5	5	5	5	5	5	5	5
땀 견뢰도 (알칼리성)	변퇴색	4-5	4	4-5	4-5	5	5	5	5	5	5	4-5
	오염	면	4-5	4-5	5	5	5	5	5	5	5	5
	나일론	4-5	4-5	4-5	5	5	5	5	5	5	5	5
마찰 견뢰도	건식	4-5	2-3	4-5	5	5	5	5	5	5	5	5
	습식	4-5	2-3	4-5	5	5	5	5	5	5	4-5	5
햇 프레싱		5	4-5	5	5	5	5	5	5	5	5	5

[0741]

[0742]

식(I)의 화합물의 염색성에 대하여, 염색예 P1 내지 P15에서 사용한 R₁이 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고, R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 화합물의 염색성은 양호했다.

[0743]

그러나, 염색예 P16 내지 P26에서 사용한 식(I)의 화합물 이외의 염료 화합물의 염색성은 불량했다.

[0744]

또한 식(I)의 화합물의 각 견뢰도에 대하여, 염색예 P1 내지 P15에서 사용한 R₁이 탄소수 8 내지 12의 알킬기이고, R₂, R₃, R₄, R₅ 및 R₆은 각각 독립적으로, 수소 원자, 탄소수 1 내지 4의 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 4의 알콕시기인 화합물의 각 견뢰도는 양호했다.

[0745]

이상, 본 발명은 전술한 실시형태에 한정되는 것이 아니고, 실시형태의 구성을 적절히 조합한 것이나 치환한 것에 대해서도 본 발명에 포함되는 것이다.

[0746]

또한, 당업자의 지식에 기초하여 실시형태에서의 조합이나 공정의 순서를 적절히 다시 짜는 것이나 각종 설계 변경 등의 변형을 실시형태에 대하여 부가하는 것도 가능하며, 그와 같은 변형이 부가된 실시형태도 본 발명의 범위에 포함될 수 있다.

[0747]

본 발명은 의복, 속옷, 모자, 양말, 장갑, 스포츠용 의류 등의 의약품, 좌석 시트 등의 차량 내장재, 카펫, 커튼, 매트, 소파 커버, 쿠션 커버 등의 인테리어 용품 등에 이용하는 폴리올레핀 섬유를 염색하는 데에 이용할 수 있다.

도면

도면1

