

#### SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT

BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

(f) CH 652735 A

(51) Int. Cl.4: C 09 B

67/36

// D 06 P 3/52, C 09 B 29/08, 31/043

## Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

# **12 PATENTSCHRIFT A5**

(21) Gesuchsnummer:

2687/83

(73) Inhaber:

Research Association of Synthetic Dyestuffs, Minato-ku/Tokyo (JP)

22 Anmeldungsdatum:

17.05.1983

30 Priorität(en):

17.05.1982 JP 57-82788

04.02.1983 JP 58-17208

24) Patent erteilt:

29.11.1985

(72) Erfinder:

Niwa, Toshio, Yokohama-shi/Kanagawa (JP) Himeno, Kiyoshi, Yokohama-shi/Kanagawa (JP) Maeda, Shuichi, Iruma-gun/Saitama (JP) Shimizu, Yukiharu, Yokohama-shi/Kanagawa (JP)

45 Patentschrift veröffentlicht:

29.11.1985

74 Vertreter:

Bovard AG, Bern 25

### 54 Farbstoffzusammensetzung für Polyesterfasern.

Es werden Farbstoffzusammensetzungen für Polyesterfasern beschrieben. Sie enthalten mindestens einen Disazofarbstoff der Formel I, worin X, Y, Z, R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup> die im Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben und mindestens einen Monoazofarbstoff der Formel II, worin X<sup>1</sup>, Y<sup>1</sup>, R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup> und R<sup>5</sup> die im Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben. Mit den Farbstoffzusammensetzungen können klare Marineblaufärbungen auf Polyesterfasern erzielt werden. Sie weisen ausgezeichnete Echtheitseigenschaften, wie Lichtechtheit, Sublimationsechtheit und Wasserechtheit auf. Beim Färben sind sie überdies temperatur- und pH-stabil.

$$x - \underbrace{\sum_{N=N} \prod_{S} \prod_{N=N} \sum_{N} N}_{N} < R^{1}$$

$$O_2N \xrightarrow{NO_2} NO_2 \xrightarrow{Y^1} N \xrightarrow{R^3} II$$

#### **PATENTANSPRÜCHE**

1. Farbstoffzusammensetzung zum Färben von Polyesterfasern, enthaltend mindestens einen Disazofarbstoff der Formel

$$X - \left( \frac{1}{N} \right) - N = N - \left( \frac{1}{N} \right) - N - \left( \frac{1}{N} \right) - \left( \frac{1}{N} \right$$

worin X Wasserstoff, Chlor, Nitro oder Trifluormethyl; Y Cyano, Alkoxycarbonyl oder Carbamoyl; Z Wasserstoff, Chlor, Methyl, Hydroxy oder durch Formylamino oder Acylamino substituiertes Alkyl; R¹ und R² unabhängig voneinander Wasserstoff, Cyclohexyl, Aryl, Alkenyl, Aralkyl, Alkyl oder Alkyl, substituiert durch Hydroxy, Niederalkoxy, Niederalkoxyalkoxy, Niederalkanoyloxy, Formyloxy, Chlorniederalkanoyloxy, Aryloxy, Aryloxy, Niederalkoxycarbonyl, Niederalkoxyalkoxycarbonyl, Aralkyloxycarbonyl, Niederalkoxycarbonyloxy, Halogen, Cyano, Alkenyloxy oder Tetrahydrofuryl bedeuten; und mindestens einen Monoazofarbstoff der Formel

worin  $X^1$  Halogen;  $Y^1$  Wasserstoff, Alkoxy oder Alkoxyalkoxy;  $R^5$  Niederalkyl;  $R^3$  und  $R^4$  unabhängig voneinander Wasserstoff, Aryl, Alkenyl, Cyclohexyl, Aralkyl, Alkyl; oder Alkyl, substituiert durch Hydroxy, Niederalkoxy, Niederalkoxyalkoxy, Niederalkoxy, Niederalkoxy, Aryloxy, Niederalkoxycarbonyl, Niederalkoxyalkoxycarbonyl, Aralkyloxycarbonyl, Niederalkoxycarbonyl, Halogen, Cyano, Alkenyloxy oder Tetrahydrofuryl bedeuten.

- 2. Farbstoffzusammensetzung gemäss Anspruch 1, worin X Chlor oder Nitro; Y Cyano; R¹ und R² unabhängig voneinander Alkyl, Niederalkoxyalkyl, Niederalkoxycarbonyloxyalkyl, Niederalkanoyloxyalkyl oder Cyanoethyl bedeuten.
- 3. Farbstoffzusammensetzung gemäss Anspruch 1, worin X Chlor oder Nitro; Y Cyano; Z Wasserstoff;  $R^1$  und  $R^2$  unabhängig voneinander Ethyl, Methoxyethyl, Acetyloxyethyl oder Cyanoethyl bedeuten.
- 4. Farbstoffzusammensetzung gemäss Anspruch 1, worin X<sup>1</sup> Brom oder Chlor; Y<sup>1</sup> Wasserstoff, Methoxy oder Methoxyethoxy; R<sup>3</sup> Alkenyl, Alkyl, Niederalkoxyalkyl, Niederalkoxycar- 50 bonyloxyalkyl oder Niederalkoxyalkyl; R<sup>4</sup> Wasserstoff, Alkenyl, Alkyl, Niederalkoxyalkyl, Niederalkoxycarbonyloxyalkyl, Niederalkoxycarbonyloxyalkyl, Niederalkoxycarbonylakyl oder Cyanoethyl; und R<sup>5</sup> Methyl bedeuten.
- 5. Farbstoffzusammensetzung gemäss Anspruch 1, worin  $X^1$  Brom;  $Y^1$  Wasserstoff;  $R^3$  und  $R^4$  unabhängig voneinander Alkyl; und  $R^5$  Methyl bedeuten.

Die vorliegende Erfindung betrifft Farbstoffzusammensetzungen für Polyesterfasern, insbesondere solche Farbstoffzusammensetzungen, mit welchen Polyesterfasern in einem reinen marineblau gefärbt werden können. Sie weisen ausgezeichnete Echtheitseigenschaften aus, insbesondere Lichtechtheit, Sublimationsechtheit und Wasserechtheit usw. Sie sind ebenfalls durch eine gute Temperatur und pH-Stabilitätswert dem Färbeprozess gekennzeichnet.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind somit die Farbstoffzusammensetzungen zum Färben von Polyesterfasern, wie sie im Patentanspruch 1 definiert sind.

Die Verbindungen der Formel I sind neue Disazofarbstoffe. Beispiele der Acylaminogruppe Z in der Formel I umfassen Acetylamino, Propionylamino, Chloracetylamino, Benzoylamino, Methylsulfonylamino, Chlorpropionylamino, Ethoxycarbonylamino, Ethylaminocarbonylamino und ähnliche.

Beispiele der Arylgruppen, dargestellt durch R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup> 10 in der Formel I und II umfassen Phenyl, Tolyl, Chlorphenyl und ähnliche; Beispiele der Alkenylgruppen umfassen Allyl, Crotyl und ähnliche; Beispiele der Aralkylgruppen umfassen Benzyl, Phenethyl, Chlorbenzyl und ähnliche. Beispiele der Alkylgruppen, dargestellt durch R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup>, umfassen Methyl, 15 Ethyl, gerade- oder verzweigtkettiges Propyl, Butyl, Pentyl, Hexyl, Heptyl, Octyl und ähnliche. Beispiele des substituierten Alkyls, dargestellt durch R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup> umfassen Alkyl, das mit Hydroxyl substituiert ist; Niederalkoxygruppen, wie Methoxy, Ethoxy, Butoxy usw.; Niederalkoxyalkoxy, wie <sup>20</sup> Methoxyethoxy, Ethoxyethoxy usw.; Niederalkanoyloxy, wie Acetyl, Propionyloxy usw.; Chlorniederalkanoyloxy, wie Chloracetyloxy, Chlorpropionyloxy usw.; Aryloyloxy, wie Benzyloxy usw.; Aryloxy, wie Phenoxy usw.; Niederalkoxycarbonyl, wie Methoxycarbonyl, Ethoxycarbonyl usw.; Niederalkoxyalkoxycarbonyl, wie Methoxyethoxycarbonyl, Ethoxyethoxycarbonyl; Aralkyloxycarbonyl, wie Benzyloxycarbonyl usw.; Niederalkoxycarbonyloxy, wie Methoxycarbonyloxy, Ethoxycarbonyloxy usw.; Halogen, wie Chlor, Brom usw.; Alkenyloxy, wie Allyloxy, Crotyloxy usw.; oder Tetrahydrofuryl.

In der vorliegenden Erfindung sind die bevorzugten Disazofarbstoffe der Formel I solche, in welchen X Chlor oder Nitro, Y
Cyano und R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup> unabhängig voneinander Alkyl, Niederalkoxyalkyl, Niederalkoxycarbonyloxyalkyl, Niederalkanoyloxyalkyl oder Cyanomethyl, insbesondere Ethyl, Methoxyethyl,
Acetyloxyethyl oder Cyanoethyl bedeuten.

Die bevorzugten Monoazofarbstoffe der Formel II sind Farbstoffe, worin X<sup>1</sup> Brom, Chlor, insbesondere Brom; Y<sup>1</sup> Wasserstoff, Methoxy, Ethoxy oder Methoxyethoxy, insbesondere Wasserstoff; R<sup>3</sup> Alkenyl, Alkyl, Niederalkoxyalkyl, Niederalkoxy-carbonyloxyalkyl oder Niederalkanoyloxyalkyl, insbesondere Alkyl; R<sup>4</sup> Wasserstoff, Alkenyl, Alkyl, Alkoxyalkyl, Niederalkoxycarbonylalkoxyalkyl, Niederalkanoyloxyalkyl, Niederalkoxycarbonylalkyl oder Cyanoethyl, insbesondere Alkyl; und R<sup>5</sup> Methyl bedeuten.

Die Disazofarbstoffe, dargestellt durch die Formel (im folgenden als «Disazofarbstoffe I» bezeichnet) können z. B. durch folgende Reaktionsschritte hergestellt werden:

Diazotierung eines Anilins der Formel III

worin X wie vorstehend definiert ist, Kupplung des erhaltenen produktes mit einem 2-Aminothiophens der Formel

worin Y wie vorstehend definiert ist, Diazotierung des erhaltenen Monoazofarbstoffes der Formel

3

worin X und Y wie vorstehend definiert sind, und dann Kupplung des erhaltenen Produktes mit einem Amin des Diphenylmethan-Typs der Formel

worin Z, R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup> wie vorstehend definiert sind.

Die Monoazofarbstoffe, dargestellt durch die Formel II (im folgenden als «Monoazofarbstoff II» bezeichnet) sind beschrieben in den japanischen Patentpublikationen der Nummern 20087/64, 24653/64, 25431/65, 2784/65, 5468/66, 34516/71 und 6663/73, japanische Patentanmeldungen (OPI) Nummern 23190/80 und 57076/80 (der oben verwendete Ausdruck «OPI» bezieht sich auf «publizierte ungeprüfte japanische Patentanmeldungen») usw.

Der Disazofarbstoff I und der Monoazofarbstoff II, welche als Komponenten in den Farbstoffzusammensetzungen der vorliegenden Erfindung dienen, sind Farbstoffe, welche eine hohe Wirksamkeit aufweisen, jede davon kann Polyesterfasern in einem marineblau mit guten Echtheiten färben, aber beim Färben von Polyesterfasern unter Verwendung der Zusammensetzungen, welche mindestens einen Disazofarbstoff I und mindestens einen Monoazofarbstoff II enthalten, wird das Absorptionsverhältnis im Färbebad merklich verbessert und die zusammengesetzte Eigenschaft ist auch ausserordentlich gut, so dass die mit hoher Konzentration gefärbten Produkte leicht erhalten werden können und dass der überflüssige Verlust von Farbstoffen möglichst klein gehalten werden kann, verglichen mit dem Fall, worin der entsprechende Farbstoff unabhängig verwendet wird; somit ist die Farbstoffzusammensetzung der vorliegenden Erfindung industriell vorteilhaft.

Die Anzahl der Farbstoffkomponenten, welche zu formulieren sind, ist vorzugsweise 2 bis 5 und das Verhältnis der Komponenten ist nahezu das gleiche wie mit den entsprechenden Farbstoffen, jedoch sind beide nicht limitiert und können entsprechend dem Verwendungszweck variiert werden.

Die Farbstoffzusammenstzung der vorliegenden Erfindung kann auch durch Formulierung der entsprechenden Zwischenprodukte bei der Produktion (Diazotierung, Kupplung) erhalten werden.

Fasern, welche mit den erfindungsgemässen Farbstoffzusammensetzungen gefärbt werden können, umfassen Polyesterfasern, welche Polyethylenterephthalat, ein Polykondensat zwi-

schen Terephthalsäure und 1,4-Bis(Hydroxymethyl)-cyclohexan und ähnliche enthalten und gemischte Fasern der oben beschriebenen Polyesterfasern mit natürlichen Fasern, wie Baumwolle, Seide, Wolle usw.

Beim Färben der Polyesterfasern unter Verwendung der erfindungsgemässen Farbstoffzusammensetzung, wird ein Farbbad oder eine Druckpaste hergestellt, indem der Disazofarbstoff I und der Monoazofarbstoff II in einem wässrigen Medium in üblicher Weise unter Verwendung eines Dispersionsmittels, wie  $^{\rm 10}$ eines Kondensates zwischen Naphthalinsulfonsäure und Formaldehyd, einem höheren Alkoholschwefelsäureester oder ein höheres Alkylbenzolsulfonat, dispergiert wird, da beide Farbstoffe in Wasser unlöslich oder nahezu unlöslich sind und die Tauchfärbung oder der Druck unter Verwendung der vorbereite-15 ten Färbelösung oder Druckpaste durchgeführt wird. Beispielsweise werden Polyesterfasern oder Mischfasern davon im Falle der Tauchfärbung mit guter Echtheit unter Verwendung von üblichen Tauchverfahren, wie einem Hochtemperaturtauchverfahren, einem Trägertauchverfahren oder einem Thermosolfär-20 beverfahren durchgeführt. In diesem Fall ergibt die Zugabe von sauren Substanzen, wie Ameisensäure, Essigsäure, Phosphorsäure oder Ammoniumsulfat zum Färbebad in einigen Fäl-

Die vorliegende Erfindung wird nun durch die folgenden
<sup>25</sup> Beispiele von bevorzugten Ausführungsformen der vorliegenden
Erfindungen ausführlich dargelegt. Die vorliegende Erfindung
wird jedoch dadurch nicht eingeschränkt.

len bessere Ergebnisse.

#### Beispiele 1-13

1 g der Disazofarbstoffe (I-1) bis (I-17), dargestellt in Tabelle 1, und Monoazofarbstoffe (II-1) bis (II-11), allein oder insgesamt in Kombination, wie in Tabelle III, wurde/wurden in 31 Wasser, welches 1 g Naphthalinsulfonsäure/Formaldehyd-Kondensat und 2 g höheren Alkoholschwefelsäureester enthielt, dispergiert, um ein Färbebad herzustellen. In dieses Färbebad wurden 100 g Polyesterfasern bei 130°C während 60 min getaucht, um zu färben, gefolgt durch seifen, waschen mit Wasser und trocknen. Es wurden in einem klaren Blau gefärbte Gewebeproben erhalten. Diese gefärbten Gewebe zeigen gute Lichtechtheit, Sublimations- und Wasserechtheit, und der Farbstoff zeigte eine gute Temperatur- und pH-Stabilität beim Färben.

Weiter wurde der Farbstoff des gefärbten Stoffes mit 0,1 % Phosphorsäurelösung in Dimethylformamid herausgelöst und extrahiert und colormetrisch ausgewertet. Die Farbstoffkonzentration in Beispiel 1–1 wurde auf 100 festgelegt und die Farbstoffkonzentration jeder gefärbten Stoffprobe wurde darauf bezogen. Die Resultate sind in Tabelle 3 dargestellt.

Tabelle 1

Y

N=N

S

N=N

R

R

R

R

Nr.	-X	-Y	-Z	-R <sup>1</sup>	-R <sup>2</sup>
(I-1) (I-2) (I-3) (I-4) (I-5) (I-6) (I-7) (I-8)	-H -NO <sub>2</sub> -NO <sub>2</sub> -NO <sub>2</sub> -NO <sub>2</sub> -NO <sub>2</sub> -CF <sub>3</sub> -Cl	-CN -CN -CN -CN -CN -CN -CH -CN	-H -H -H -H -H -H -H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> COCH <sub>3</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>2</sub> CH=CH <sub>7</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> COOCH <sub>3</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> COOCH <sub>3</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN -C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>

Tabelle 1 (Fortsetzung)

Nr.	-X	-Y	-Z	-R <sup>1</sup>	-R <sup>2</sup>
(I-9)	-NO <sub>2</sub>	-CN	-CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>
(I–10)	-NO <sub>2</sub>	-CN	-CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H4OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
(I–11) (I–12)	$-NO_2$ $-NO_2$	-CONH <sub>2</sub> -COOCH <sub>3</sub>	-NHCOCH₃ -H	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>
(I-13)	-H	-CN	-NHCOCH <sub>3</sub>	$-C_2H_5$	$-C_2H_5$
(I–14)	-H	-CN	-NHCOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
(I–15)	-H	-CN	-NHCOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
(I–16)	-H	-CN	-NHCHO	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
(I–17)	-H	-CN	-NHCHO	$-C_2H_5$	$-C_2H_5$

Nr.	-X <sup>1</sup>	$-Y^1$	-R <sup>3</sup>	-R <sup>4</sup>
(II-1)	-Br	-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>
(II–2)	-Cl	-OC <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>	-H	$-CH_2CH=CH_2$
(II–3)	-Cl	-OC <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>	-H	$-C_2H_4OCH_3$
(II-4)	-Br	-OCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	$-C_2H_5$
(II–5)	-Br	-H	$-C_2H_5$	$-C_2H_5$
(II-6)	-Cl	-OCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>	-C₂H₄COOCH₃
(II-7)	-Cl	-OCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>
(II-8)	-Cl	-OCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>
(II-9)	-Br	-OCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	$-C_2H_4OCOOC_2H_5$
(II-10)	-Cl	-OCH <sub>3</sub>	$-C_2H_5$	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> COOC <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>
(II-11)	-Cl	-OC <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>	$-C_2H_5$	$-C_2H_5$

Tabelle 3

Beis	piel Nr.	verwendeter Far	bstoff		Konzentration	
1	1–1 1–2 1–3	(I-1) (II-1) (I-1) (II-1)	1,0 g 1,9 g 0,5 g 0,5 g	formuliert	100 80 150	
2	2–1 2–2 2–3	(I-2) (II-2) (I-2) (II-2)	1,0 g 1,0 g 0,5 g 0,5 g	formuliert	80 80 130	
3	3–1 3–2 3–3	(I-3) (II-5) (I-3) (II-5)	1,0 g 1,0 g 0,5 g 0,5 g	formuliert	80 95 135	
4	4–1 4–2 4–3 4–4	(I-5) (II-5) (II-4) (I-5) (II-5) (II-4)	1,0 g 1,0 g 1,0 g 0,5 g 0,25 g 0,25 g	formuliert	90 95 90 150	
5	5–1 5–2 5–3 5–4	(I-6) (II-4) (II-5) (I-6) (II-4) (II-5)	1,0 g 1,0 g 1,0 g 0,5 g 0,25 g 0,25 g	formuliert	85 90 95 140	

5
Tabelle 3 (Fortsetzung)

Beis	piel Nr.	verwendeter Farbstoff	V V V V V V V V V V V V V V V V V V V		Konzentration
6	6–1 6–2 6–3 6–4	(I-4) (I-7) (II-5) (I-4) (I-7) (II-5)	1,0 g 1,0 g 1,0 g 0,25 g 0,25 g 0,5 g	formuliert	80 80 95 135
7	7–1 7–2 7–3 7–4	(I-8) (I-9) (II-3) (I-8) (I-9) (II-3)	1,0 g 1,0 g 1,0 g 0,5 g 0,25 g 0,25 g	formuliert	80 90 95 135
8	8–1 8–2 8–3 8–4	(I-10) (I-11) (II-6) (I-10) (I-11) (II-6)	1,0 g 1,0 g 1,0 g 0,5 g 0,25 g 0,25 g	formuliert	85 85 90 140
9	9–1 9–2 9–3	(I-12) (II-7) (I-12) (II-7)	1,0 g 1,0 g 0,5 g 0,5 g	formuliert	90 95 150
10	10–1 10–2 10–3	(I-13) (II-5) (I-13) (II-5)	1,0 g 1,0 g 0,4 g 0,6 g	formuliert	80 95 140
11	111 112 113 114	(I-14) (I-15) (II-8) (I-14) (I-15) (II-8)	1,0 g 1,0 g 1,0 g 0,25 g 0,25 g 0,5 g	formuliert	85 85 100 135
12	12–1 12–2 12–3 12–4	(I-16) (I-17) (II-9) (I-16) (I-17) (II-9)	1,0 g 1,0 g 1,0 g 0,5 g 0,25 g 0,25 g	formuliert	85 85 95 140 .
13	13–1 13–2 13–3 13–4	(I-1) (II-10) (II-11) (I-1) (II-10) (II-11)	1,0 g 1,0 g 1,0 g 0,5 g 0,25 g 0,25 g	formuliert	100 85 100 140

### Beispiele 14-23

Insgesamt 1 g Diazofarbstoffe (I'-1) bis (I'-14), dargestellt in Tabelle 4 und Monoazofarbstoffe (II'), dargestellt durch folgende Stukturformel

$$O_{2}N - \underbrace{\hspace{1cm} NO_{2}}_{N=N} - \underbrace{\hspace{1cm} NHCOCH_{3}}^{NO_{2}} C_{2}H_{5}$$

in Kombination, wie dies aus Tabelle 5 hervorgeht, wurden in 31 Wasser, welches 1g eines Naphthalinsulfonsäureformaldehydkondensats und 2g eines höheren Alkoholschwefelsäureesters enthielt, dispergiert, um ein Färbebad herzustellen. 100g Polyesterfasern wurden bei 130°C während 60 min in dieses Färbebad getaucht, um zu färben, gefolgt von seifen, waschen mit Wasser und trocknen. Es wurden durch ein klares Blau gefärbte Stoffproben erhalten. Diese gefärbten Stoffe zeigten eine gute Lichtesteheit, Sublimation und Wasserechtheit, und der Farbstoff zeigte eine gute Temperatur- und pH-Stabilität beim Färben.

Weiter wurde der Farbstoff des gefärbten Stoffes durch 0,1 %ige Phosphorsäurelösung in Dimtehylformamid herausge-

löst und extrahiert und colorimetrisch ausgewertet. Die Farbstoffkonzentration in Beispiel 16–1 wurde auf 100 festgelegt, und die Farbstoffkonzentration jeder Stoffprobe wurde darauf bezogen berechnet. Die Resultate sind in Tabelle 5 dargestellt.

Tabelle 4

O2N-N=N-S-N=N-N-R

Nr. -R<sup>1</sup>
-R<sup>2</sup>

$$(I'-1)$$
 -CH<sub>3</sub> -C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>CN -C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>CN .

Tabelle 4 (Fortsetzung)

	Nr.	-R <sup>1</sup>	-R <sup>2</sup>
5	(I'-3)	-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> (n)	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN
	(I'-4)	$-C_4H_9(n)$	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN
	(I'-5) (I'-6)	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
	(I'-7)	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>
10	(I'-8)	$-C_2H_4OC_2H_5$	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>
	(I'-9)	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>
	(I'-10)	$-C_2H_4OCOC_2H_5$	$-C_2H_4OCOC_2H_5$
	(I'-11)	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOOCH <sub>3</sub>
	(I'-12)	$-C_2H_4OCOOC_2H_5$	$-C_2H_4OCOOC_2H_5$
15	(I'-13)	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOOCH <sub>3</sub>
	(I'-14)	$-C_2H_5$	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>

Tabelle 5

Beisp	piel Nr.	verwendeter Far	bstoff		Konzentration	
	14–1	(I'-2)	1,0 g		85	
14	14–2	(II')	1,0 g		95	
	143	(I'-2)	0,5 g	formuliert	135	
		(II')	0,5 g			
	15–1	(I'-2)	1,0 g		85	
15	15–2	(I'-7)	1,0 g		100	
	15-3	(II')	1,0 g		95	
	15-4	(I'-2)	0,25 g			
		(I'7)	0,25 g	formuliert	140	
		(II')	0,5 g			
	16-1	(I'-7)	1,0 g		100	
16	16-2	(II')	1,0 g		95	
	16–3	(I'-7)	0,5 g	formuliert	140	
		(II')	0,5 g			-
	17–1	(I'-14)	1,0 g		90	
17	17–2	$(\mathbf{H}')$	1,0 g		95	
	17–3	(I'-14)	0,5 g	formuliert	135	
		(II')	0,5 g			
	18–1	(I'-14)	1,0 g		90	
18	18–2	(I'-5)	1,0 g		90	
	18–3	(II')	1,0 g		95	
	18–4	(I'-14)	0,5 g	•		
		(I'-5)	0,25 g	formuliert	140	
		(II')	0,25 g			
	19–1	(I'-5)	1,0 g		90	
19	19–2	(II')	1,0 g		95	
	19-3	(I'-5)	0,5 g	formuliert	135	
		(II')	0,5 g			
	20–1	(I'-5)	1,0 g		90	
	202	(I'-7)	1,9 g		100	
20	20-3	(I'-14)	1,0 g		90	
	20-4	(II')	1,0 g		95	
	20–5	(I'-5)	0,25 g		4.5	
		(I'-7)	0,25 g	formuliert	145	
		(I'-14)	0,25 g			
		(II')	0,25 g			

Tabelle 5 (Fortsetzung)

Beisp	piel Nr.	verwendeter Far	bstoff		Konzentration	
24	21-1	(I'-4)	1,0 g		80	
21	21–2	(I'-9)	1,0 g	~	40	
	21–3	(II')	1,0 g		95	
	21–4	(I'-4)	0,25 g		100	
		(I'-9)	0,25 g	formuliert	130	
		(II')	0,5 g			
	22–1	(I'-2)	1,0 g		85	
	22–2	(I'-4)	1,0 g		80	
22	22-3	(I'-8)	1,0 g		90	
	22-4	(II')	1,0 g		95	
	22–4	(I'-2)	0,25 g			
		(I'-4)	0,25 g	formuliert	140	
		(I'-8)	0,25 g			
		(II')	0,25 g			
	23–1	(I'-7)	1,0 g		100	
23	23-2	(I'-11)	1,0 g		40	
	23–3	(II')	1,0 g		95	
	23–4	(I'-7)	0,3 g			
		(I'-11)	0,2 g	formuliert	130	
		$(\Pi')$	0,5 g			

Während die Erfindung im Einzelnen und durch Hinweis auf spezielle Ausführungsformen beschrieben wurde, ist es für den Fachmann offensichtlich, dass zahlreiche Änderungen und

 $\label{eq:modification} \mbox{Modifikationen m\"{o}glich sind, ohne vom Inhalt und Umfang der Erfindung abzuweichen.}$