



(21) 申请号 202180020355.5

(22) 申请日 2021.03.16

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 115279839 A

(43) 申请公布日 2022.11.01

(30) 优先权数据
2020-046823 2020.03.17 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2022.09.09

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2021/010481 2021.03.16

(87) PCT国际申请的公布数据
W02021/187447 JA 2021.09.23

(73) 专利权人 纪和化学工业株式会社
地址 日本和歌山县

(72) 发明人 松本敏昭 小林树 杉村亮治

(74) 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司
72002

专利代理师 张楠

(51) Int.Cl.

C09B 67/20 (2006.01)

C09B 29/09 (2006.01)

C09B 29/40 (2006.01)

D06P 1/16 (2006.01)

D06P 1/18 (2006.01)

C09B 29/08 (2006.01)

C09B 57/00 (2006.01)

D06P 3/79 (2006.01)

(56) 对比文件

DE 4200739 A1, 1992.07.23

JP 2019203223 A, 2019.11.28

JP H09111144 A, 1997.04.28

JP S582355 A, 1983.01.07

JP S5966461 A, 1984.04.14

JP S63135455 A, 1988.06.07

KR 20110101755 A, 2011.09.16

审查员 路靖童

权利要求书4页 说明书142页

(54) 发明名称

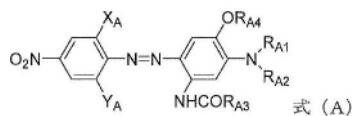
染料组合物

(57) 摘要

本发明的课题是提供能够将纤维高浓度染色成各种色相、并且染色物的耐光、升华、洗涤等染色坚牢性优异的染料组合物、纤维的染色方法、通过该染色方法被染色而成的纤维及化合物。提供包含通式(A)~(G)的化合物中的至少一者和非离子系分散剂的染料组合物、纤维的染色方法、通过该染色方法被染色而成的纤维及化合物。

1. 一种染料组合物,其包含下述通式(A)~(G)的化合物中的至少一者和非离子系分散剂,

所述非离子系分散剂为聚氧乙烯芳基芳基醚和氧乙烯-氧丙烯共聚物,



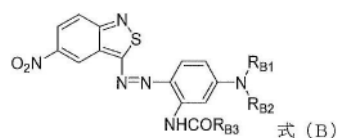
式(A)中,

X_A 为硝基,

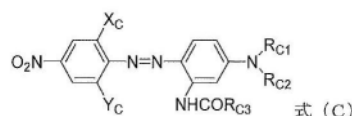
Y_A 表示卤素原子,

R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基,其中, R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基,

R_{A4} 表示碳数为1至4的烷基;



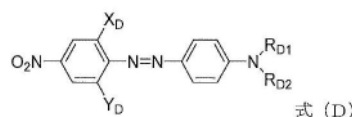
式(B)中, R_{B1} 、 R_{B2} 及 R_{B3} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基,其中, R_{B1} 、 R_{B2} 及 R_{B3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基;



式(C)中,

X_C 及 Y_C 表示氢原子及卤素原子、卤素原子及硝基、卤素原子及氰基、氰基及氰基、硝基及氰基、氢原子及氢原子中的任一组合,

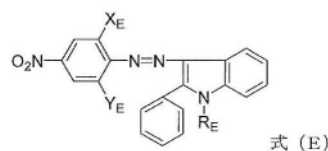
R_{C1} 、 R_{C2} 及 R_{C3} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基,其中, R_{C1} 、 R_{C2} 及 R_{C3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基;



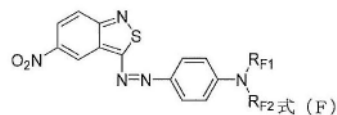
式(D)中, X_D 及 Y_D 分别独立地表示氢原子、卤素原子或氰基,

R_{D1} 表示碳数为1至14的烷基,

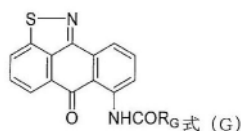
R_{D2} 表示碳数为1至14的烷基或被CN取代而得到的碳数为1至14的烷基,其中, R_{D1} 及 R_{D2} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基;



式(E)中, X_E 及 Y_E 分别独立地表示卤素原子, R_E 表示碳数为4至18的烷基;



式(F)中, R_{F1} 及 R_{F2} 分别独立地表示碳数为4至14的烷基;



式(G)中, R_G 表示碳数为7或者为10至18的烷基。

2. 根据权利要求1所述的染料组合物,其中,所述聚氧乙烯芳基芳基醚为聚氧乙烯芳基苯基醚。

3. 根据权利要求2所述的染料组合物,其中,所述氧乙烯-氧丙烯共聚物的氧乙烯的摩尔数为300,氧丙烯的摩尔数为55。

4. 根据权利要求2所述的染料组合物,其是包含通式(A)~(G)的化合物中的至少三者的用于染色成黑色的染料组合物。

5. 根据权利要求4所述的染料组合物,其是包含通式(A)~(D)及(G)的化合物中的至少三者的用于染色成黑色的染料组合物。

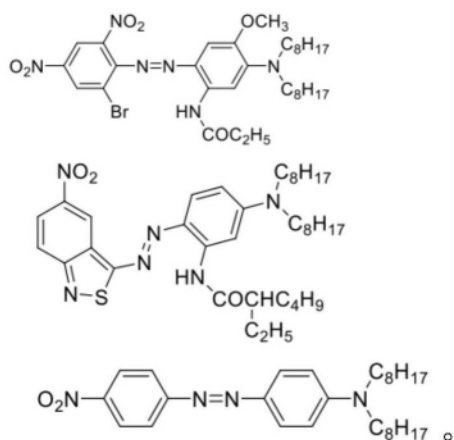
6. 根据权利要求4所述的染料组合物,其中,用于染色成黑色的染料组合物包含:

通式(A)的化合物构成的蓝色的化合物、

通式(B)的化合物构成的蓝色的化合物、以及

通式(D)的化合物构成的橙色的化合物。

7. 根据权利要求6所述的染料组合物,其中,用于染色成黑色的染料组合物包含下述化合物:



8. 根据权利要求4所述的染料组合物,其中,用于染色成黑色的染料组合物包含:

选自由通式(A)的化合物、通式(B)的化合物、通式(C)的化合物及通式(F)的化合物构成的组中的紫色或蓝色的化合物中的至少1者;

选自由通式(C)的化合物及通式(D)的化合物构成的组中的红色的化合物中的至少1者;以及

选自由通式(D)的化合物、通式(E)的化合物及通式(G)的化合物构成的组中的黄色或橙色的化合物中的至少1者。

9. 根据权利要求5所述的染料组合物,其中,用于染色成黑色的染料组合物包含:

选自由通式(A)的化合物、通式(B)的化合物及通式(C)的化合物构成的组中的紫色或蓝色的化合物中的至少1者;

选自由通式 (C) 的化合物及通式 (D) 的化合物构成的组中的红色的化合物中的至少1者;以及

选自由通式 (D) 的化合物及通式 (G) 的化合物构成的组中的黄色或橙色的化合物中的至少1者。

10. 根据权利要求8所述的染料组合物,其中,用于染色成黑色的染料组合物包含:

选自由通式 (A) 的化合物、通式 (B) 的化合物及通式 (F) 的化合物构成的组中的紫色或蓝色的化合物中的至少1者;

通式 (C) 的化合物的红色的化合物;以及

选自由通式 (D) 的化合物及通式 (E) 的化合物构成的组中的橙色的化合物中的至少1者。

11. 根据权利要求8所述的染料组合物,其中,用于染色成黑色的染料组合物包含:

通式 (A) 的化合物的蓝色的化合物、通式 (C) 的化合物的红色的化合物以及通式 (D) 的化合物的橙色的化合物。

12. 根据权利要求8所述的染料组合物,其中,对于用于染色成黑色的染料组合物中的化合物的含量,

相对于所述紫色或蓝色的化合物、所述红色的化合物和所述黄色或橙色的化合物的合计,

所述紫色或蓝色的化合物的比率为30至70质量%,

所述红色的化合物的比率为5至25质量%,

所述黄色或橙色的化合物的比率为15至55质量%的范围。

13. 根据权利要求8所述的染料化合物,其中,对于用于染色成黑色的染料组合物中的化合物的含量,

相对于所述紫色或蓝色的化合物、所述红色的化合物和所述黄色或橙色的化合物的合计,

所述紫色或蓝色的化合物的比率为40至60质量%,

所述红色的化合物的比率为5至25质量%,

所述黄色或橙色的化合物的比率为25至45质量%的范围。

14. 根据权利要求1所述的染料组合物,其是用于将聚烯烃纤维进行染色的染料组合物。

15. 根据权利要求1所述的染料组合物,其是在水系染色中使用的染料组合物。

16. 根据权利要求1所述的染料组合物,其中,所述染料组合物为粉体状。

17. 根据权利要求16所述的染料组合物,其中,所述粉体状的染料组合物通过喷雾干燥处理而制造。

18. 一种方法,其是纤维的染色方法,

所述方法包含使用权利要求1~17中任一项所述的染料组合物将纤维进行水系染色的工序。

19. 根据权利要求18所述的染色方法,其中,所述染色工序为选自由浸染、印染及喷墨染色构成的组中的至少一者。

20. 根据权利要求19所述的染色方法,其中,所述印染为转印染色。

21. 根据权利要求18所述的染色方法, 其中, 所述染色工序为选自浸染及印染中的至少一者。

22. 根据权利要求18所述的染色方法, 其中, 所述染色工序为印染。

23. 根据权利要求18所述的染色方法, 其中, 所述纤维为聚烯烃, 所述染色工序在80℃至130℃下进行。

24. 根据权利要求18所述的染色方法, 其中, 所述纤维为聚丙烯, 所述染色工序在110℃至130℃下进行。

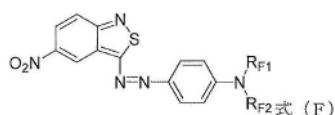
25. 根据权利要求18所述的染色方法, 其中, 所述纤维为聚乙烯, 所述染色工序在90℃至110℃下进行。

26. 根据权利要求18所述的染色方法, 其中, 所述染色方法为印染, 所述染料组合物中所含有的染料相对于印染糊剂的浓度为0.001% o.m.p. 至5% o.m.p. 的范围, 其中, o.m.p. 是指on the mass of paste, 基于糊剂质量。

27. 根据权利要求18所述的染色方法, 其中, 所述染色方法为浸染, 所述染料组合物中所含有的染料相对于所述纤维的浓度为0.001% o.m.f. 至10% o.m.f. 的范围, 其中, o.m.f. 是指on the mass of fiber, 基于纤维质量。

28. 一种纤维, 其通过权利要求18~27中任一项所述的染色方法被染色。

29. 下述通式 (F) 化合物,



式 (F) 中, R_{F1} 及 R_{F2} 分别独立地表示碳数为4至14的烷基。

染料组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及染料组合物、纤维的染色方法、通过该染色方法被染色而成的纤维及化合物。

背景技术

[0002] 聚丙烯树脂及聚乙烯树脂等聚烯烃系树脂是结晶性的热塑性树脂,具有廉价、易加工性、高强度、高耐化学药品性、高耐擦伤性、高耐弯曲性、轻量、低吸湿性、低导热性、高抗静电性等优异的特性。

[0003] 另一方面,聚烯烃系树脂是主链、侧链都由烃构成的高分子化合物,由于与以往的染料化合物的亲和性、相容性低、此外不具有对化学反应有效的官能团等理由,高浓度并且高坚牢染色被视为是极其困难的。

[0004] 因此,目前市场中有的有色聚烯烃系树脂在聚合物粒料等的制造阶段添加有色颜料、之后纺丝成所期望的形状、进行成型等的树脂占大部分。

[0005] 在该着色方法中需要在树脂制品制造工序的初期阶段确定颜色。此外如果考虑核算性,则需要生产一定量以上的一种颜色,结果是颜色选择的自由受到限制。

[0006] 进而,在变更树脂制品的颜色的情况下,需要将残存于树脂制品制造装置内的之前的颜色的着色树脂用下一颜色的着色树脂置换的工序,此时产生大量的废弃树脂,并且产生浪费时间及能量等问题。

[0007] 如非专利文献1中记载的那样,聚丙烯树脂及聚乙烯树脂是与聚氯乙烯树脂、聚苯乙烯树脂并列的四大通用合成树脂,被用于广泛的领域中。

[0008] 但是,作为合成纤维的聚丙烯树脂及聚乙烯树脂的用途非常受限。

[0009] 认为其理由在于:如上所述聚丙烯树脂纤维及聚乙烯树脂纤维的高浓度并且高坚牢染色极其困难,在唯一有效的着色方法即利用有色颜料的原液着色法中单丝纤度不得不变大,此外颜色选择的自由受到限制等。

[0010] 迄今为止为了将聚烯烃系树脂纤维进行水系染色,尝试了变更染料的分子结构,专利文献1至5中提出了用于聚烯烃系树脂纤维染色的染料。

[0011] 在专利文献1中,记载了在蒽醌系染料中导入具有碳数为3至12的烷基或环烷基作为取代基的苯氧基而得到的红色染料和紫色染料的制造例及使用了它们的聚丙烯树脂纤维的染色例。

[0012] 但是,就这些蒽醌系红色染料或蒽醌系紫色染料而言,聚烯烃系树脂纤维的高浓度染色是困难的。进而关于在染色中使用时的染料的形态,有将这些蒽醌系红色染料溶解于作为有机溶剂的醇或丙酮中之后使用等记载,难以说对环境是友好的。

[0013] 在专利文献2中,记载了在蒽醌系染料中导入具有碳数为1至9的烷基、环烷基或卤素基作为取代基的苯氧基而得到的蓝色染料的制造例及使用了它们的聚酯纤维、聚酰胺纤维、聚烯烃系树脂纤维的染色例。

[0014] 但是,就这些蒽醌系蓝色染料而言,聚烯烃系树脂纤维的高浓度染色是困难的,此

外没有关于所得到的染色物的染色坚牢性的具体记载。进而关于在染色中使用时的染料的形态,有将这些蒽醌系蓝色染料溶解于作为有机溶剂的醇或丙酮中之后使用等记载,难以说对环境是友好的。

[0015] 在专利文献3中,记载了在蒽醌系染料中导入具有碳数为1至9的烷基或卤素基作为取代基的苯氧基而得到的蓝色染料的制造例及使用了它们的聚烯烃系树脂纤维的染色例。

[0016] 但是,就这些蒽醌系蓝色染料而言,聚烯烃系树脂纤维的高浓度染色是困难的,此外没有关于所得到的染色物的染色坚牢性的具体记载。进而关于在染色中使用时的染料的形态,有将这些蒽醌系蓝色染料与二萘基甲磺酸钠等适当的分散剂一起粉碎而使用的记载,但未记载具体的粉碎方法。此外作为其他的形态,有溶解于作为有机溶剂的醇或丙酮中之后使用等记载,难以说它们对环境是友好的。

[0017] 在专利文献4中,记载了使用在蒽醌系染料的 α 位导入烷基氨基、环烷基氨基而得到的蓝色染料的聚烯烃系树脂纤维的染色例。

[0018] 但是,就这些蒽醌系蓝色染料而言,聚烯烃系树脂纤维的高浓度染色是困难的,此外没有关于所得到的染色物的染色坚牢性的具体记载。

[0019] 在专利文献5中,记载了在蒽醌系染料中导入具有选自仲丁基、仲戊基、叔戊基中的2种取代基的苯氧基而得到的红色染料的制造例及使用了它们的聚丙烯树脂纤维的染色例。

[0020] 但是,就这些蒽醌系红色染料而言,聚烯烃系树脂纤维的高浓度染色是困难的,此外没有关于所得到的染色物的染色坚牢性的具体记载。进而关于在染色中使用时的染料的形态,有将这些蒽醌系红色染料以糊剂状态使用的记载,但未记载染料糊剂的具体的制造方法。此外作为其他的形态,有溶解于作为有机溶剂的二甲基甲酰胺中之后使用等记载,难以说它们对环境是友好的。

[0021] 在专利文献6中,记载了具有长链烷基的单偶氮系染料的制造例及使用了它们的细旦尼尔聚酯纤维的染色例。但是未记载使用了它们的在聚烯烃系纤维中的染色例。进而关于在染色中使用时的染料的形态,有将这些单偶氮系染料以使用了适当的分散剂的糊剂状态使用的记载,但未记载染料糊剂的具体的制造方法。

[0022] 此外,为了改善聚烯烃系树脂纤维的染色性,对于聚烯烃系树脂纤维的改性也进行了各种研究。

[0023] 作为改性技术,已知有聚酯等可染性树脂成分的配合、与具有可染性基团的乙烯基系单体等的共聚、硬脂酸金属盐等染色促进剂的配合等各种技术。

[0024] 这些改性聚烯烃系树脂纤维的染色性虽然得以改善,但具有通过染色处理而纱的强度降低、在用于衣服等的情况下陷入强度不足的问题。

[0025] 如果将聚丙烯树脂纤维及聚乙烯树脂纤维进行高浓度并且高坚牢染色的方法被实用化,则变得能够将无着色的小单丝纤度的廉价的普通纱没有色数限制地进行着色,期待在迄今为止未适用聚丙烯树脂纤维及聚乙烯树脂纤维的衣料或车辆内装材料等要求高的设计性的领域中展开新的用途。

[0026] 现有技术文献

[0027] 专利文献

- [0028] 专利文献1:日本特公昭38-10741号公报
 [0029] 专利文献2:日本特公昭40-1277号公报
 [0030] 专利文献3:日本特公昭41-3515号公报
 [0031] 专利文献4:英国专利第872,882号说明书
 [0032] 专利文献5:美国专利第3,536,735号说明书
 [0033] 专利文献6:日本特开昭55-152869号公报
 [0034] 非专利文献
 [0035] 非专利文献1:山本洋,纤维学会志,61(2005),319-321.

发明内容

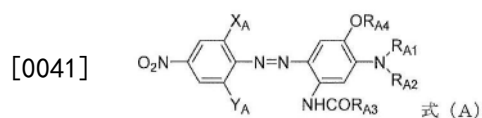
[0036] 发明所要解决的课题

[0037] 于是,本发明的目的是提供能够将纤维高浓度染色为各种色相、并且染色物的耐光、升华、洗涤等染色坚牢性优异的染料组合物、纤维的染色方法、通过该染色方法被染色的纤维及化合物。

[0038] 用于解决课题的手段

[0039] 本发明为一种染料组合物,其包含下述通式(A)~(G)的化合物中的至少一者和非离子系分散剂。

[0040] [化学式1]



[0042] [式(A)中,

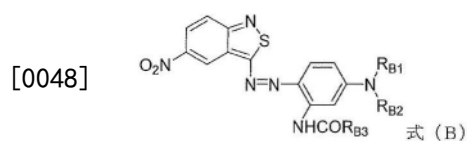
[0043] X_A为硝基,

[0044] Y_A表示卤素原子,

[0045] R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中,R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基),

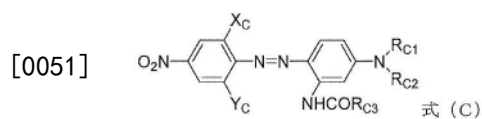
[0046] R_{A4}表示碳数为1至4的烷基。]

[0047] [化学式2]



[0049] [式(B)中,R_{B1}、R_{B2}及R_{B3}分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中,R_{B1}、R_{B2}及R_{B3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)。]

[0050] [化学式3]

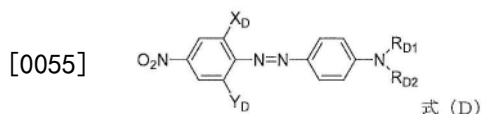


[0052] [式(C)中,

[0053] X_C及Y_C表示氢原子及卤素原子、卤素原子及硝基、卤素原子及氰基、氰基及氰基、硝

基及氰基、氢原子及氢原子中的任一组合, R_{C1} 、 R_{C2} 及 R_{C3} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中, R_{C1} 、 R_{C2} 及 R_{C3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)。

[0054] [化学式4]

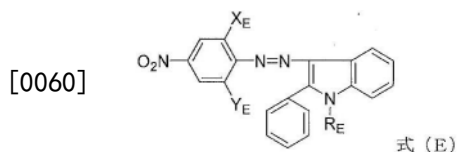


[0056] [式 (D) 中, X_D 及 Y_D 分别独立地表示氢原子、卤素原子或氰基,

[0057] R_{D1} 表示碳数为1至14的烷基,

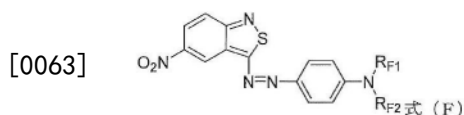
[0058] R_{D2} 表示碳数为1至14的烷基或被CN取代而得到的碳数为1至14的烷基(其中, R_{D1} 及 R_{D2} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)。

[0059] [化学式5]



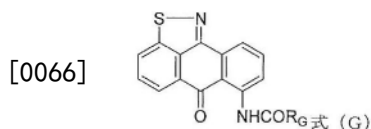
[0061] [式 (E) 中, X_E 及 Y_E 分别独立地表示卤素原子, R_E 表示碳数为4至18的烷基。]

[0062] [化学式6]



[0064] [式 (F) 中, R_{F1} 及 R_{F2} 分别独立地表示碳数为4至14的烷基。]

[0065] [化学式7]



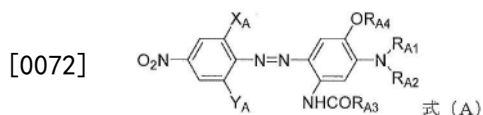
[0067] [式 (G) 中, R_G 表示碳数为7或者为10至18的烷基。]

[0068] 此外,本发明提供一种方法,其是纤维的染色方法,包含使用本发明的染料组合物将纤维进行水系染色的工序。

[0069] 此外,本发明提供一种纤维,其通过本发明的染色方法被染色。

[0070] 此外,本发明提供下述通式 (A) ~ (G) 中的任一化合物。

[0071] [化学式8]



[0073] [式 (A) 中,

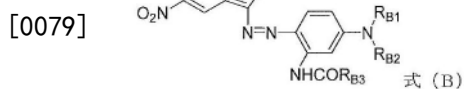
[0074] X_A 为硝基,

[0075] Y_A 表示卤素原子,

[0076] R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中, R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基),

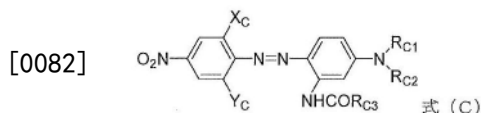
[0077] R_{A4} 表示碳数为1至4的烷基。]

[0078] [化学式9]



[0080] [式 (B) 中, R_{B1} 、 R_{B2} 及 R_{B3} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基 (其中, R_{B1} 、 R_{B2} 及 R_{B3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基) 。]

[0081] [化学式10]

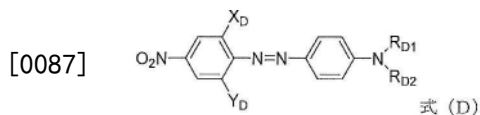


[0083] [式 (C) 中,

[0084] X_C 及 Y_C 表示氢原子及卤素原子、卤素原子及硝基、卤素原子及氰基、氰基及氰基、硝基及氰基、氢原子及氢原子中的任一组合,

[0085] R_{C1} 、 R_{C2} 及 R_{C3} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基 (其中, R_{C1} 、 R_{C2} 及 R_{C3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基) 。]

[0086] [化学式11]



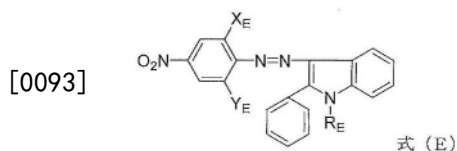
[0088] [式 (D) 中,

[0089] X_D 及 Y_D 分别独立地表示氢原子、卤素原子或氰基,

[0090] R_{D1} 表示碳数为1至14的烷基,

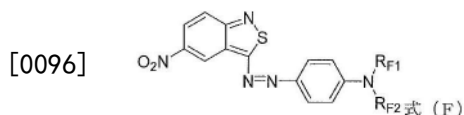
[0091] R_{D2} 表示碳数为1至14的烷基或被CN取代而得到的碳数为1至14的烷基 (其中, R_{D1} 及 R_{D2} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基) 。]

[0092] [化学式12]



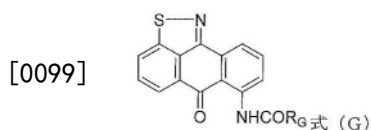
[0094] [式 (E) 中, X_E 及 Y_E 分别独立地表示卤素原子, R_E 表示碳数为4至18的烷基。]

[0095] [化学式13]



[0097] [式 (F) 中, R_{F1} 及 R_{F2} 分别独立地表示碳数为4至14的烷基。]

[0098] [化学式14]



[0100] [式 (G) 中, R_G 表示碳数为7或者为10至18的烷基。]

[0101] 发明效果

[0102] 本发明的染料组合物能够将纤维高浓度染色为各种色相,并且该染色物的耐光、升华、洗涤等染色坚牢性优异。

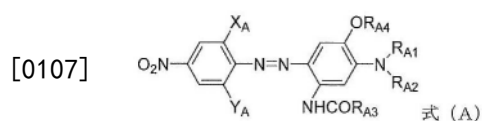
具体实施方式

[0103] 本发明人们发现了:包含以下的特定的化合物的染料对于纤维的亲水性提高,并将纤维高浓度染色为各种色相,完成了本发明。

[0104] <通式(A)~(G)的化合物>

[0105] 本发明的染料中包含的通式(A)~(G)的化合物如下所述。

[0106] [化学式15]



[0108] [式(A)中,

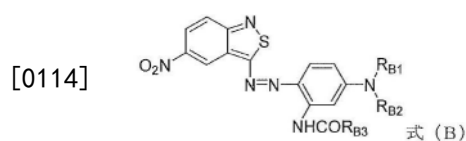
[0109] X_A 为硝基,

[0110] Y_A 表示卤素原子,

[0111] R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中, R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基),

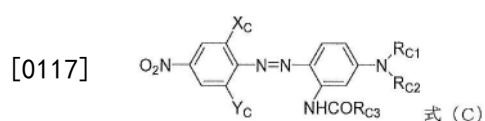
[0112] R_{A4} 表示碳数为1至4的烷基。]

[0113] [化学式16]



[0115] [式(B)中, R_{B1} 、 R_{B2} 及 R_{B3} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中, R_{B1} 、 R_{B2} 及 R_{B3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)。

[0116] [化学式17]

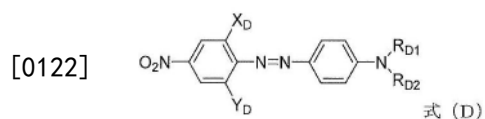


[0118] [式(C)中,

[0119] X_C 及 Y_C 表示氢原子及卤素原子、卤素原子及硝基、卤素原子及氰基、氰基及氰基、硝基及氰基、氢原子及氢原子中的任一组合,

[0120] R_{C1} 、 R_{C2} 及 R_{C3} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中, R_{C1} 、 R_{C2} 及 R_{C3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)。

[0121] [化学式18]

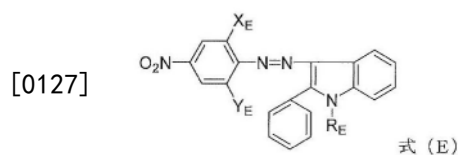


[0123] [式(D)中, X_D 及 Y_D 分别独立地表示氢原子、卤素原子或氰基,

[0124] R_{D1} 表示碳数为1至14的烷基,

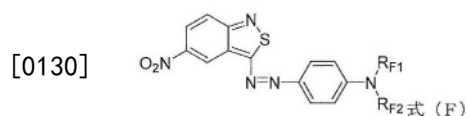
[0125] R_{D2} 表示碳数为1至14的烷基或被CN取代而得到的碳数为1至14的烷基(其中, R_{D1} 及 R_{D2} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)。]

[0126] [化学式19]



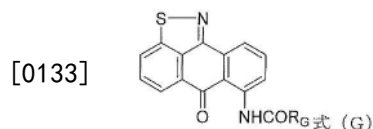
[0128] [式(E)中, X_E 及 Y_E 分别独立地表示卤素原子, R_E 表示碳数为4至18的烷基。]

[0129] [化学式20]



[0131] [式(F)中, R_{F1} 及 R_{F2} 分别独立地表示碳数为4至14的烷基。]

[0132] [化学式21]



[0134] [式(G)中, R_G 表示碳数为7或者为10至18的烷基。]

[0135] 上述式(A)、式(C)、式(D)、式(E)中,所谓卤素原子是氟原子、氯原子、溴原子及碘原子,作为优选的例子,可列举出氟原子、氯原子、溴原子。

[0136] 上述式(A)至(D)中,碳数为1至14的烷基例如可列举出甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、正戊基、异戊基、仲戊基、叔戊基、2-甲基丁基、正己基、1-甲基戊基、2-甲基戊基、3-甲基戊基、4-甲基戊基、1-乙基丁基、2-乙基丁基、1,1-二甲基丁基、2,2-二甲基丁基、3,3-二甲基丁基及1-乙基-1-甲基丙基等直链状或支链状的碳数为1至14的烷基。作为上述碳数为1至14的烷基,优选为碳数为1~12的烷基,更优选为碳数为1~8的烷基。

[0137] 上述式(A)中,碳数为1至4的烷基例如可列举出甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基等直链状或支链状的碳数为1至4的烷基。作为上述碳数为1至4的烷基,优选为碳数为1~2的烷基,更优选为碳数为1的烷基。

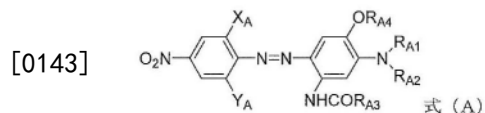
[0138] 上述式(A)至(D)及(F)中,碳数为4至14的烷基例如可列举出正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、正戊基、异戊基、仲戊基、叔戊基、2-甲基丁基、正己基、1-甲基戊基、2-甲基戊基、3-甲基戊基、4-甲基戊基、1-乙基丁基、2-乙基丁基、1,1-二甲基丁基、2,2-二甲基丁基、3,3-二甲基丁基及1-乙基-1-甲基丙基等直链状或支链状的碳数为4至14的烷基。作为上述碳数为4至14的烷基,优选为碳数为4~12的烷基,更优选为碳数为4~8的烷基。

[0139] 上述式(E)中,碳数为4至18的烷基例如可列举出正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、正戊基、异戊基、仲戊基、叔戊基、2-甲基丁基、正己基、1-甲基戊基、2-甲基戊基、3-甲基戊基、4-甲基戊基、1-乙基丁基、2-乙基丁基、1,1-二甲基丁基、2,2-二甲基丁基、3,3-二甲基丁基及1-乙基-1-甲基丙基等直链状或支链状的烷基。作为上述碳数为4至18的烷基,优选为碳数为4~12的烷基,更优选为碳数为8~12的烷基。

[0140] 上述式 (G) 中,碳数为7至18的烷基例如可列举出正庚基、1-甲基己基、2-甲基己基、3-甲基己基、4-甲基己基、1-乙基戊基、2-乙基戊基、1,1-二甲基戊基、2,2-二甲基戊基、3,3-二甲基戊基等直链状或支链状的碳数为7至18的烷基。作为上述碳数为7至18的烷基,优选为碳数为11~18的烷基,更优选为碳数为15~18的烷基。

[0141] <通式 (A) 的化合物>

[0142] [化学式22]



[0144] 对于通式 (A) 的化合物,在式 (A) 中,

[0145] X_A 为硝基,

[0146] Y_A 表示卤素原子,

[0147] R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基 (其中, R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基),

[0148] R_{A4} 表示碳数为1至4的烷基。

[0149] 上述式 (A) 的化合物为蓝色的染料化合物。

[0150] 在上述式 (A) 中,从染色浓度、耐光坚牢度、升华坚牢度等观点出发, Y_A 优选为溴原子。

[0151] 此外,上述式 (A) 中,

[0152] 从染色浓度、耐光坚牢度、升华坚牢度等观点出发,优选的是:

[0153] R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 分别独立地为碳数为4至14的烷基、或

[0154] R_{A1} 及 R_{A2} 分别独立地为碳数为4至14的烷基且 R_{A3} 为碳数为1至4的烷基、或

[0155] R_{A3} 为碳数为4至14的烷基且 R_{A1} 及 R_{A2} 分别独立地为碳数为1至4的烷基。

[0156] 此外,上述式 (A) 中,

[0157] 从染色浓度、耐光坚牢度、升华坚牢度等观点出发,优选的是:

[0158] Y_A 为溴原子,

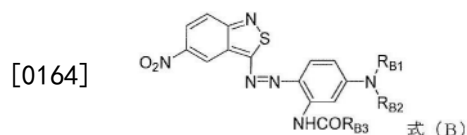
[0159] 并且 R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 分别独立地为碳数为4至14的烷基、或

[0160] R_{A1} 及 R_{A2} 分别独立地为碳数为4至14的烷基且 R_{A3} 为碳数为1至4的烷基、或

[0161] R_{A3} 为碳数为4至14的烷基且 R_{A1} 及 R_{A2} 分别独立地为碳数为1至4的烷基。

[0162] <通式 (B) 的化合物>

[0163] [化学式23]



[0165] 对于通式 (B) 的化合物,在式 (B) 中,

[0166] R_{B1} 、 R_{B2} 及 R_{B3} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基。其中, R_{B1} 、 R_{B2} 及 R_{B3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基。

[0167] 上述式 (B) 的化合物为蓝色或紫色的染料化合物。

[0168] 上述式 (B) 中,

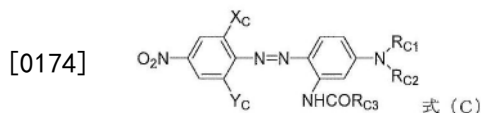
[0169] 从染色浓度、耐光坚牢度、升华坚牢度等观点出发,优选的是:

[0170] R_{B1} 、 R_{B2} 及 R_{B3} 分别独立地为碳数为4至14的烷基、或 R_{B1} 及 R_{B2} 分别独立地为碳数为4至14的烷基且 R_{B3} 为碳数为1至4的烷基、或者

[0171] R_{B3} 为碳数为4至14的烷基且 R_{B1} 及 R_{B2} 分别独立地为碳数为1至4的烷基。

[0172] <通式 (C) 的化合物>

[0173] [化学式24]



[0175] 对于通式 (C) 的化合物,在式 (C) 中,

[0176] X_c 及 Y_c 表示氢原子及卤素原子、卤素原子及硝基、卤素原子及氰基、氰基及氰基、硝基及氰基、氢原子及氢原子中的任一组合,

[0177] R_{C1} 、 R_{C2} 及 R_{C3} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中, R_{C1} 、 R_{C2} 及 R_{C3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)。

[0178] 上述式 (C) 的化合物为红色或紫色的染料化合物。

[0179] 在上述式 (C) 中,

[0180] 从染色浓度、耐光坚牢度、升华坚牢度等观点出发,

[0181] X_c 及 Y_c 优选表示氢原子及氯原子、溴原子及硝基、溴原子及氰基、氰基及氰基、硝基及氰基、氢原子及氢原子中的任一组合。

[0182] 在上述式 (C) 中,

[0183] 从染色浓度、耐光坚牢度、升华坚牢度等观点出发,优选的是:

[0184] X_c 及 Y_c 表示氢原子及卤素原子、卤素原子及硝基、卤素原子及氰基、氰基及氰基、硝基及氰基、氢原子及氢原子中的任一组合,

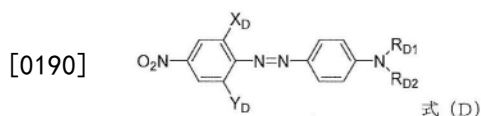
[0185] 并且 R_{C1} 、 R_{C2} 及 R_{C3} 分别独立地为碳数为4至14的烷基、或

[0186] R_{C1} 及 R_{C2} 分别独立地为碳数为4至14的烷基且 R_{C3} 为碳数为1至4的烷基、或

[0187] R_{C3} 为碳数为4至14的烷基且 R_{C1} 及 R_{C2} 分别独立地为碳数为1至4的烷基。

[0188] <通式 (D) 的化合物>

[0189] [化学式25]



[0191] 对于通式 (D) 的化合物,在式 (D) 中, X_d 及 Y_d 分别独立地表示氢原子、卤素原子或氰基,

[0192] R_{D1} 表示碳数为1至14的烷基,

[0193] R_{D2} 表示碳数为1至14的烷基或被CN取代而得到的碳数为1至14的烷基(其中, R_{D1} 及 R_{D2} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)。

[0194] 上述式 (D) 的化合物为橙色或红色的染料化合物。

[0195] 在上述式 (D) 中,

[0196] 从染色浓度、耐光坚牢度、升华坚牢度等观点出发,优选的是:

[0197] X_D 表示氢原子、氯原子或溴原子,

[0198] Y_D 表示氢原子、氯原子、溴原子或氰基。

[0199] 此外,在上述式(D)中,优选的是:

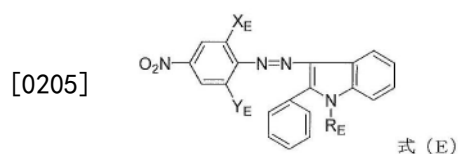
[0200] X_D 及 Y_D 分别独立地表示氢原子、卤素原子或氰基,

[0201] R_{D1} 表示碳数为4至14的烷基,

[0202] R_{D2} 表示碳数为4至14的烷基或被CN取代而得到的碳数为1至14的烷基。

[0203] <通式(E)的化合物>

[0204] [化学式26]



[0206] 对于通式(E)的化合物,在式(E)中, X_E 及 Y_E 分别独立地表示卤素原子, R_E 表示碳数为4至18的烷基。

[0207] 上述式(E)的化合物为橙色的染料化合物。

[0208] 在上述式(E)中,

[0209] 从染色浓度、耐光坚牢度、升华坚牢度等观点出发,

[0210] X_E 及 Y_E 优选表示氯原子。

[0211] 在上述式(E)中,

[0212] 从染色浓度、耐光坚牢度、升华坚牢度等观点出发,

[0213] R_E 优选为碳数为4至12的烷基。

[0214] 在上述式(E)中,

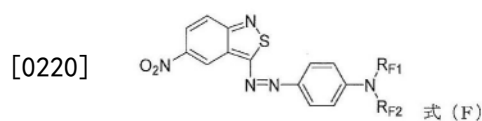
[0215] 从染色浓度、耐光坚牢度、升华坚牢度等观点出发,优选的是:

[0216] X_E 及 Y_E 表示氯原子,

[0217] R_E 为碳数为4至12的烷基。

[0218] <通式(F)的化合物>

[0219] [化学式27]



[0221] 对于通式(F)的化合物,在式(F)中, R_{F1} 及 R_{F2} 分别独立地表示碳数为4至14的烷基。

[0222] 上述式(F)的化合物为紫色的染料化合物。

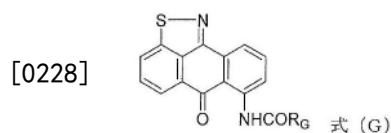
[0223] 在上述式(F)中,

[0224] 从染色浓度、耐光坚牢度、升华坚牢度等观点出发,优选的是:

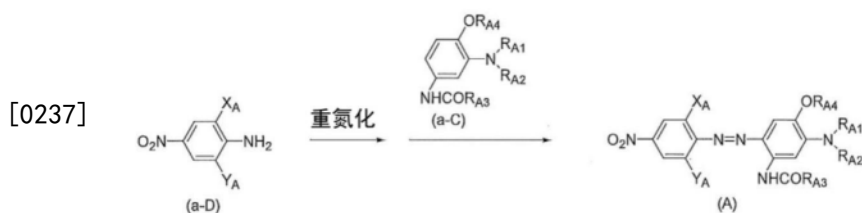
[0225] R_{F1} 及 R_{F2} 分别独立地表示碳数为4至12的烷基。

[0226] <通式(G)的化合物>

[0227] [化学式28]



- [0229] 对于通式 (G) 的化合物,在式 (G) 中, R_G 表示碳数为7或者为10至18的烷基。
- [0230] 上述式 (G) 的化合物为黄色的染料化合物。
- [0231] 在上述式 (G) 中,
- [0232] 从染色浓度、耐光坚牢度、升华坚牢度等观点出发,
- [0233] R_G 优选为碳数为11~18的烷基。
- [0234] <通式 (A) 的化合物的制造方法>
- [0235] 对上述式 (A) 所表示的化合物的制造方法进行说明。
- [0236] [化学式29]



[0238] 上述式 (A) 所表示的化合物通过使式 (a-D) 所表示的4-硝基苯胺衍生物(式 (a-D) 中, X_A 为硝基, Y_A 表示卤素原子)的重氮化合物与式 (a-C) 所表示的化合物(式 (a-C) 中, R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中, R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基), R_{A4} 表示碳数为1至4的烷基)偶联来获得。

[0239] (i) 式 (a-D) 的化合物的重氮化

[0240] 首先,将式 (a-D) 的化合物在无机酸或有机羧酸中、并在根据情况而追加的水的存在下使用亚硝化剂或亚硝基硫酸进行重氮化而得到重氮化合物。作为所使用的有机羧酸,例如可列举出乙酸及丙酸。此外,作为无机酸,例如可列举出盐酸、磷酸及硫酸,优选硫酸。作为所使用的亚硝化剂,为碱金属的亚硝酸盐、例如固体状态或水溶液状态的亚硝酸钠。

[0241] 重氮化的反应温度优选为-10至40℃,进一步优选为0至40℃。

[0242] 需要说明的是,式 (a-D) 所表示的化合物一般作为偶氮系分散染料的原料被广泛使用。

[0243] (ii) 与式 (a-C) 的化合物的偶联

[0244] 在式 (a-C) 所表示的化合物的醇(例如甲醇)的溶液或悬浮液中,例如在-5至10℃的温度范围内添加上述式 (a-D) 的重氮化合物的溶液,得到上述式 (A) 所表示的化合物。

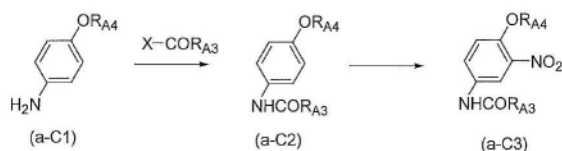
[0245] 式 (a-C) 所表示的化合物溶液或悬浮液的pH优选为弱酸性,有时添加三乙胺、乙酸钠等缓冲剂在偶联反应中是有利的。

[0246] 通式 (A) 的化合物的水分只要是可制造水系分散体的范围即可,例如调整为60质量%以下、优选为40质量%以下而用于染色。

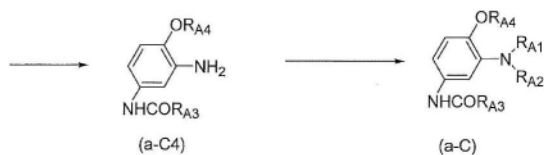
[0247] (iii) 式 (a-C) 的化合物的制造方法

[0248] 作为原料的式 (a-C) 的化合物可以如以下那样来制造。

[0249] [化学式30]



[0250]



[0251] 以N,N-二甲基甲酰胺 (DMF) 作为溶剂,使 $\text{R}_{\text{A}3}\text{-COX}$ ($\text{R}_{\text{A}3}$ 表示碳数为1至14的烷基,X表示卤素原子)所表示的羧酰卤与式(a-C1)所表示的化合物(式(a-C1)中, $\text{R}_{\text{A}4}$ 表示碳数为1至4的烷基)反应,得到式(a-C2)所表示的化合物。

[0252] 接着,将式(a-C2)所表示的化合物用浓硝酸及浓硫酸进行硝化,得到式(a-C3)所表示的化合物。

[0253] 将式(a-C3)所表示的化合物在盐酸酸性醇(例如甲醇)中通过锡进行还原,得到式(a-C4)所表示的化合物。

[0254] 以DMF作为溶剂,使 $\text{R}_{\text{A}1}\text{-X}$ 及 $\text{R}_{\text{A}2}\text{-X}$ ($\text{R}_{\text{A}1}$ 及 $\text{R}_{\text{A}2}$ 分别独立地表示碳数为1至14的烷基,X表示卤素原子)所表示的卤代烷基与式(a-C4)所表示的化合物反应,得到式(a-C)。

[0255] 或者,也可以使 $\text{R}_{\text{A}1}\text{-X}$ ($\text{R}_{\text{A}1}$ 表示碳数为1至14的烷基,X表示卤素原子)所表示的卤代烃与式(a-C4)所表示的化合物反应后,按照公知反应,导入 $\text{R}_{\text{A}2}$ ($\text{R}_{\text{A}2}$ 表示碳数为1至14的烷基)。例如,也可以使用 $(\text{R}_{\text{A}2})_2\text{SO}_4$ 来导入 $\text{R}_{\text{A}2}$ 。

[0256] <通式(B)的化合物的制造方法>

[0257] 对上述式(B)所表示的化合物的制造方法进行说明。

[0258] [化学式31]



[0260] 上述式(B)所表示的化合物通过使式(b-D)所表示的3-氨基-5-硝基-2,1-苯并异噻唑的重氮化合物与式(b-C)所表示的化合物(式(b-C)中, $\text{R}_{\text{B}1}$ 、 $\text{R}_{\text{B}2}$ 及 $\text{R}_{\text{B}3}$ 分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中, $\text{R}_{\text{B}1}$ 、 $\text{R}_{\text{B}2}$ 及 $\text{R}_{\text{B}3}$ 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)。)偶联来获得。

[0261] (i) 式(b-D)的化合物的重氮化

[0262] 首先,将式(b-D)的化合物在无机酸或有机羧酸中、并在根据情况而追加的水的存在下使用亚硝化剂或亚硝基硫酸进行重氮化而得到重氮化合物。作为所使用的有机羧酸,例如可列举出乙酸及丙酸。此外,作为无机酸,例如可列举出盐酸、磷酸及硫酸,优选硫酸。作为所使用的亚硝化剂,为碱金属的亚硝酸盐、例如固体状态或水溶液状态的亚硝酸钠。

[0263] 重氮化的反应温度优选为-10至15℃,进一步优选为-5至10℃。

[0264] 需要说明的是,式(b-D)所表示的化合物一般作为偶氮系分散染料的原料被广泛使用。

[0265] (ii) 与式(b-C)的化合物的偶联

[0266] 在式 (b-C) 所表示的化合物的醇 (例如甲醇) 的溶液或悬浮液中, 例如在 -5 至 10℃ 的温度范围内添加上述式 (b-D) 的重氮化合物的溶液, 得到上述式 (B) 所表示的化合物。

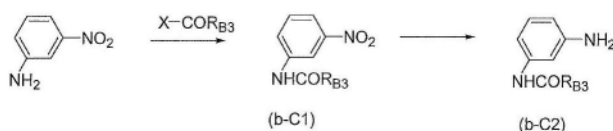
[0267] 式 (b-C) 所表示的化合物溶液或悬浮液的 pH 优选为弱酸性, 有时添加三乙胺、乙酸钠等缓冲剂在偶联反应中是有利的。

[0268] 通式 (B) 的化合物的水分只要是可制造水系分散体的范围即可, 例如调整为 60 质量% 以下、优选为 40 质量% 以下而用于染色。

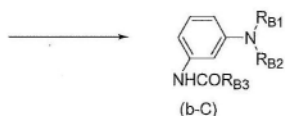
[0269] (iii) 式 (b-C) 的化合物的制造方法

[0270] 作为原料的式 (b-C) 的化合物可以如以下那样来制造。

[0271] [化学式 32]



[0272]



[0273] 以 DMF 作为溶剂, 使 $R_{B3}-COX$ (R_{B3} 表示碳数为 1 至 14 的烷基, X 表示卤素原子) 所表示的羧酰卤与间硝基苯胺反应, 得到式 (b-C1) 所表示的化合物。

[0274] 接着, 将式 (b-C1) 所表示的化合物在盐酸酸性醇 (例如甲醇) 中通过锡进行还原, 得到式 (b-C2) 所表示的化合物。

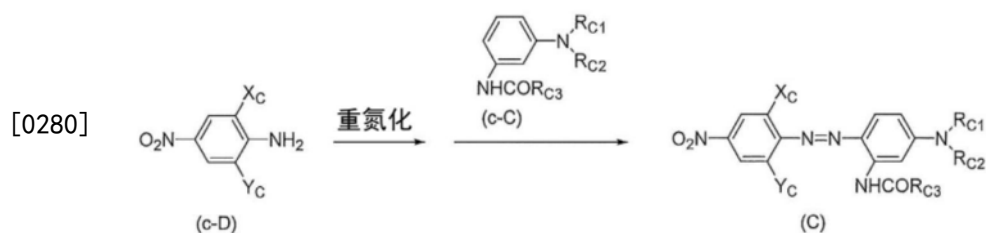
[0275] 以 DMF 作为溶剂, 使 $R_{B1}-X$ 及 $R_{B2}-X$ (R_{B1} 及 R_{B2} 分别独立地表示碳数为 1 至 14 的烷基, X 表示卤素原子) 所表示的卤代烷基与式 (b-C2) 所表示的化合物反应, 得到式 (b-C)。

[0276] 或者, 也可以使 $R_{B1}-X$ (R_{B1} 表示碳数为 1 至 14 的烷基, X 表示卤素原子) 所表示的卤代烃与式 (b-C2) 所表示的化合物反应后, 按照公知反应, 导入 R_{B2} (R_{B2} 表示碳数为 1 至 14 的烷基)。例如, 也可以使用 $(R_{B2})_2SO_4$ 来导入 R_{B2} 。

[0277] <通式 (C) 的化合物的制造方法>

[0278] 对上述式 (C) 所表示的化合物的制造方法进行说明。

[0279] [化学式 33]



[0281] 上述式 (C) 所表示的化合物通过使式 (c-D) 所表示的 4-硝基苯胺衍生物 (式 (c-D) 中, X_C 及 Y_C 表示氢原子及卤素原子、卤素原子及硝基、卤素原子及氰基、氰基及氰基、硝基及氰基、氢原子及氢原子中的任一组合) 的重氮化合物与式 (c-C) 所表示的化合物 (式 (c-C) 中, R_{C1} 、 R_{C2} 及 R_{C3} 分别独立地表示碳数为 1 至 14 的烷基 (其中, R_{C1} 、 R_{C2} 及 R_{C3} 中的至少一个为碳数为 4 以上的烷基)) 偶联来获得。

[0282] (i) 式 (c-D) 的化合物的重氮化

[0283] 首先,将式(c-D)所表示的化合物在无机酸或有机羧酸中、并在根据情况而追加的水的存在下使用亚硝化剂或亚硝基硫酸进行重氮化而得到重氮化合物。作为所使用的有机羧酸,例如可列举出乙酸及丙酸。此外,作为无机酸,例如可列举出盐酸、磷酸及硫酸,优选硫酸。作为所使用的亚硝化剂,为碱金属的亚硝酸盐、例如固体状态或水溶液状态的亚硝酸钠。

[0284] 重氮化温度优选为-10至40℃,进一步优选为0至35℃。

[0285] 需要说明的是,式(c-D)所表示的化合物一般作为偶氮系分散染料的原料被广泛使用。

[0286] (ii) 与式(c-C)的化合物的偶联

[0287] 在式(c-C)所表示的化合物的醇(例如甲醇)的溶液或悬浮液中,例如在-5至10℃的温度范围内添加上述式(c-D)的重氮化合物的溶液,得到上述式(C)所表示的化合物。

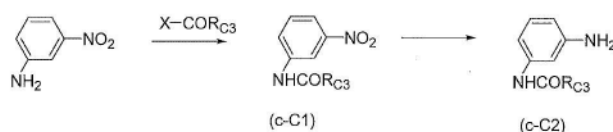
[0288] 式(c-C)所表示的化合物溶液或悬浮液的pH优选为弱酸性,有时添加三乙胺、乙酸钠等缓冲剂是有利的。

[0289] 通式(C)的化合物的水分只要是可制造水系分散体的范围即可,例如调整为60质量%以下、优选为40质量%以下而用于染色。

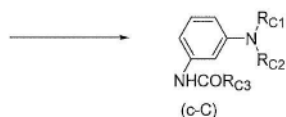
[0290] (iii) 式(c-C)的化合物的制造方法

[0291] 作为原料的式(c-C)的化合物可以如以下那样来制造。

[0292] [化学式34]



[0293]



[0294] 以DMF作为溶剂,使 $R_{C3}-COX$ (R_{C3} 表示碳数为1至14的烷基,X为卤素原子)所表示的羧酰卤与间硝基苯胺反应,得到式(c-C1)所表示的化合物。

[0295] 接着,将式(c-C1)所表示的化合物在盐酸酸性醇(例如甲醇)中通过锡进行还原,得到式(c-C2)所表示的化合物。

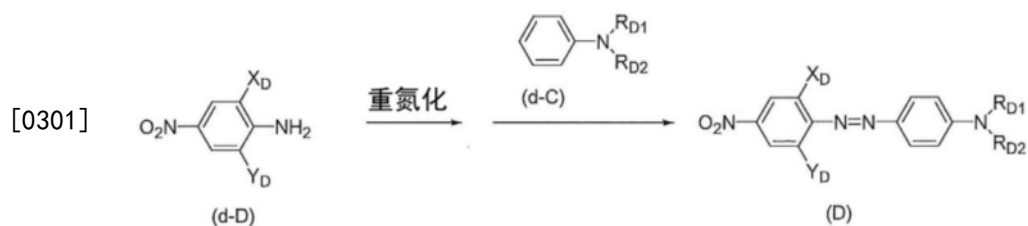
[0296] 以DMF作为溶剂,使 $R_{C1}-X$ 及 $R_{C2}-X$ (R_{C1} 及 R_{C2} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基,X为卤素原子)所表示的卤代烷基与式(c-C2)所表示的化合物反应,得到式(c-C)。

[0297] 或者,也可以使 $R_{C1}-X$ (R_{C1} 表示碳数为1至14的烷基,X表示卤素原子)所表示的卤代烃与式(c-C2)所表示的化合物反应后,按照公知反应,导入 R_{C2} (R_{C2} 表示碳数为1至14的烷基)。例如,可以使用 $(R_{C2})_2SO_4$ 来导入 R_{C2} 。

[0298] <通式(D)的化合物的制造方法>

[0299] 对上述式(D)所表示的化合物的制造方法进行说明。

[0300] [化学式35]



[0302] 式(D)所表示的化合物通过使式(d-D)所表示的4-硝基苯胺衍生物(式(d-D)中, X_D 及 Y_D 分别独立地表示氢原子、卤素原子或氰基)的重氮化合物与式(d-C)所表示的化合物(式(d-C)中, R_{D1} 表示碳数为1至14的烷基, R_{D2} 表示碳数为1至14的烷基或被CN取代而得到的碳数为1至14的烷基。其中, R_{D1} 及 R_{D2} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基。)偶联来获得。

[0303] (i) 式(d-D)的化合物的重氮化

[0304] 首先,将式(d-D)所表示的化合物在无机酸或有机羧酸中、并在根据情况而追加的水的存在下使用亚硝化剂或亚硝基硫酸进行重氮化而得到重氮化合物。作为所使用的有机羧酸,例如可列举出乙酸及丙酸。此外,作为无机酸,例如可列举出盐酸、磷酸及硫酸,优选硫酸。作为所使用的亚硝化剂,为碱金属的亚硝酸盐、例如固体状态或水溶液状态的亚硝酸钠。

[0305] 重氮化温度优选为-10至40℃,进一步优选为0至30℃。

[0306] 式(d-D)所表示的化合物一般作为偶氮系分散染料的原料被广泛使用。

[0307] (ii) 与式(d-D)的化合物的偶联

[0308] 在式(d-C)所表示的化合物的醇(例如甲醇)的溶液或悬浮液中,例如在-5至10℃的温度范围内添加上述式(d-D)的重氮化合物的溶液,得到上述式(D)所表示的化合物。

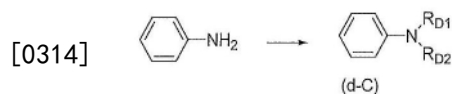
[0309] 式(d-C)所表示的化合物溶液或悬浮液的pH优选为弱酸性,有时添加三乙胺、乙酸钠等缓冲剂是有利的。

[0310] 通式(D)的化合物的水分只要是可制造水系分散体的范围即可,例如调整为60质量%以下、优选为40质量%以下而用于染色。

[0311] (iii) 式(d-C)的化合物的制造方法

[0312] 作为原料的式(d-C)的化合物可以如以下那样来制造。

[0313] [化学式36]



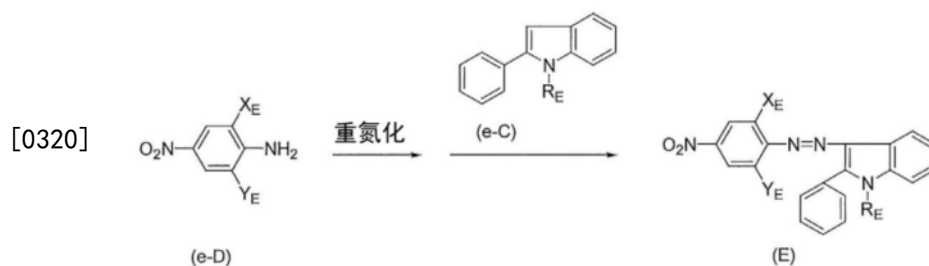
[0315] 以DMF作为溶剂,使 $R_{D1}-X$ 及 $R_{D2}-X$ (R_{D1} 表示碳数为1至14的烷基, R_{D2} 表示碳数为1至14的烷基或被CN取代而得到的碳数为1至14的烷基。其中, R_{D1} 及 R_{D2} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基。 X 为卤素原子。)所表示的卤代烷基与苯胺反应,得到式(d-C)。

[0316] 或者,也可以使 $R_{D1}-X$ (R_{D1} 表示碳数为1至14的烷基, X 表示卤素原子)所表示的卤代烃与苯胺反应后,按照公知反应,导入 R_{D2} (R_{D2} 表示碳数为1至14的烷基)。例如,可以使用 $(R_{D2})_2SO_4$ 来导入 R_{D2} 。

[0317] <通式(E)的化合物的制造方法>

[0318] 对上述式(E)所表示的化合物的制造方法进行说明。

[0319] [化学式37]



[0321] 上述式 (E) 所表示的化合物通过使式 (e-D) 所表示的4-硝基苯胺衍生物(式 (e-D) 中, X_E 及 Y_E 表示卤素原子) 的重氮化合物与式 (e-C) 所表示的化合物(式 (e-C) 中, R_E 表示碳数为4至18的烷基) 偶联来获得。

[0322] (i) 式 (e-D) 的化合物的重氮化

[0323] 首先, 将式 (e-D) 所表示的化合物在无机酸或有机羧酸中、并在根据情况而追加的水的存在下使用亚硝化剂或亚硝基硫酸进行重氮化而得到重氮化合物。作为所使用的有机羧酸, 例如可列举出乙酸及丙酸。此外, 作为无机酸, 例如可列举出盐酸、磷酸及硫酸, 优选硫酸。作为所使用的亚硝化剂, 为碱金属的亚硝酸盐、例如固体状态或水溶液状态的亚硝酸钠。

[0324] 重氮化温度优选为-10至40℃, 进一步优选为0至30℃。

[0325] 需要说明的是, 式 (e-D) 所表示的化合物一般作为偶氮系分散染料的原料被广泛使用。

[0326] (ii) 与式 (e-C) 的化合物的偶联

[0327] 在式 (e-C) 所表示的化合物的醇(例如甲醇)的溶液或悬浮液中, 例如在-5至10℃的温度范围内添加上述式 (e-D) 的重氮化合物的溶液, 得到上述式 (E) 所表示的化合物。

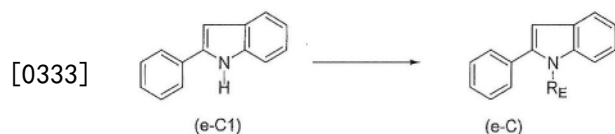
[0328] 式 (e-C) 所表示的化合物溶液或悬浮液的pH优选为弱酸性, 有时添加三乙胺、乙酸钠等缓冲剂是有利的。

[0329] 通式 (E) 的化合物的水分只要是可制造水系分散体的范围即可, 例如调整为60质量%以下、优选为40质量%以下而用于染色。

[0330] (iii) 式 (e-C) 的化合物的制造方法

[0331] 作为原料的式 (e-C) 的化合物可以如以下那样来制造。

[0332] [化学式38]

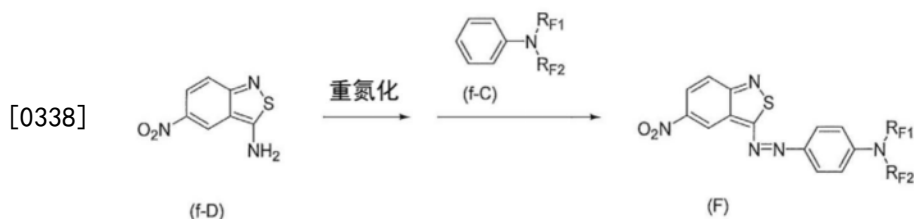


[0334] 以DMF作为溶剂, 使 $R_{E1}-X$ (R_{E1} 表示碳数为4至18的烷基, X 为卤素原子) 所表示的卤代烷基与式 (e-C1) 所表示的2-苯基-1H-吡咯反应, 得到式 (e-C)。

[0335] <通式 (F) 的化合物的制造方法>

[0336] 对上述式 (F) 所表示的化合物的制造方法进行说明。

[0337] [化学式39]



[0339] 上述式(F)所表示的化合物通过使式(f-D)所表示的3-氨基-5-硝基-2,1-苯并异噻唑的重氮化合物与式(f-C)所表示的化合物(式(f-C)中, R_{F1} 及 R_{F2} 分别独立地表示碳数为4至14的烷基)偶联来获得。

[0340] (i) 式(f-D)的化合物的重氮化

[0341] 首先,将式(f-D)所表示的化合物在无机酸或有机羧酸中、并在根据情况而追加的水的存在下使用亚硝化剂或亚硝基硫酸进行重氮化而得到重氮化合物。作为所使用的有机羧酸,例如可列举出乙酸及丙酸。此外,作为无机酸,例如可列举出盐酸、磷酸及硫酸,优选硫酸。作为所使用的亚硝化剂,为碱金属的亚硝酸盐、例如固体状态或水溶液状态的亚硝酸钠。

[0342] 重氮化温度优选为 -10 至 15°C ,进一步优选为 -5 至 10°C 。

[0343] 式(f-D)所表示的化合物一般作为偶氮系分散染料的原料被广泛使用。

[0344] (ii) 与式(f-C)的化合物的偶联

[0345] 在式(f-C)所表示的化合物的醇(例如甲醇)的溶液或悬浮液中,例如在 -5 至 10°C 的温度范围内添加上述式(f-D)的重氮化合物的溶液,得到上述式(F)所表示的化合物。

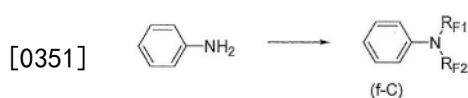
[0346] 式(f-C)所表示的化合物溶液或悬浮液的pH优选为弱酸性,有时添加三乙胺、乙酸钠等缓冲剂是有利的。

[0347] 通式(F)的化合物的水分只要是可制造水系分散体的范围即可,例如调整为60质量%以下、优选为40质量%以下而用于染色。

[0348] (iii) 式(f-C)的化合物的制造方法

[0349] 作为原料的式(f-C)的化合物可以如以下那样来制造。

[0350] [化学式40]



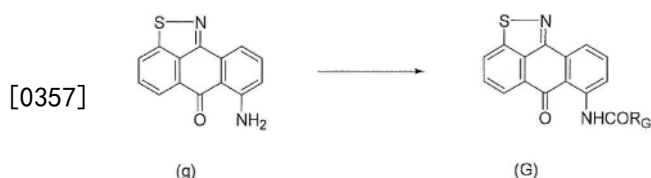
[0352] 以DMF作为溶剂,使 $R_{F1}-X$ 及 $R_{F2}-X$ (R_{F1} 及 R_{F2} 分别独立地表示碳数为4至14的烷基,X为卤素原子)所表示的卤代烷基与苯胺反应,得到式(f-C)。

[0353] 或者,也可以使 $R_{F1}-X$ (R_{F1} 表示碳数为1至14的烷基,X表示卤素原子)所表示的卤代烃与苯胺反应后,按照公知反应,导入 R_{F2} (R_{F2} 表示碳数为1至14的烷基)。例如可以使用 $(R_{F2})_2\text{SO}_4$ 来导入 R_{F2} 。

[0354] <通式(G)的化合物的制造方法>

[0355] 对上述式(G)所表示的化合物的制造方法进行说明。

[0356] [化学式41]



[0358] 式(G)所表示的化合物通过在甲苯、二甲苯、氯苯等不活泼溶剂中、使式(g)所表示的5-氨基-蒽[9,1-cd]异噻唑-6-酮与 R_G -COX(R_G 表示碳数为7至18的烷基,X为卤素原子)所表示的羧酰卤反应来获得。

[0359] 反应温度优选为80℃至140℃,更优选为110至140℃。

[0360] 式(g)所表示的化合物一般作为多环式分散染料的原料被广泛使用。

[0361] 通式(G)的化合物的水分只要是可制造水系分散体的范围即可,例如调整为60质量%以下、优选为40质量%以下而用于染色。

[0362] <染料组合物>

[0363] 本发明的染料组合物如上所述包含通式(A)~(G)的化合物中的至少一者和非离子系分散剂。

[0364] 作为上述非离子系分散剂,可列举出聚氧乙烯烷基醚、聚氧乙烯烷基苯基醚、聚氧乙烯芳基苯基醚、聚氧乙烯烷基芳基醚、聚氧乙烯芳基芳基醚、聚氧乙烯山梨糖醇酐脂肪酸酯、聚氧乙烯乙炔二醇、聚乙烯醇、聚乙烯基吡咯烷酮、氧乙烯-氧丙烯共聚物等。它们中,优选使用选自聚氧乙烯烷基苯基醚、聚氧乙烯芳基苯基醚、聚氧乙烯烷基芳基醚、聚氧乙烯芳基芳基醚、氧乙烯-氧丙烯共聚物中的至少1种,更优选使用选自聚氧乙烯芳基苯基醚、聚氧乙烯芳基芳基醚、氧乙烯-氧丙烯共聚物中的至少1种,进一步优选使用选自聚氧乙烯芳基苯基醚、氧乙烯-氧丙烯共聚物中的至少1种。

[0365] 对上述氧乙烯-氧丙烯共聚物的聚合形态没有限制,可以是无规聚合物、嵌段聚合物等中的任一者。

[0366] 需要说明的是,为了通过非离子系分散剂将染料组合物不是制成液状水系分散体、而是通过喷雾干燥等制成粉体状而使用,优选在非离子系分散剂中包含聚氧乙烯芳基苯基醚和氧乙烯-氧丙烯共聚物这两者。

[0367] 从将式(A)至(G)所表示的化合物的分散稳定性保持良好的目的出发,上述非离子系分散剂的使用量相对于式(A)至(G)所表示的化合物的质量优选为20至200质量%,更优选为20至100质量%。

[0368] 在本发明的染料组合物中,在不妨碍本发明的目的的达成的范围内,根据需要也可以添加粘度调整剂、表面张力调整剂、pH调整剂、保湿剂、水溶助长剂、螯合剂、防腐剂、防霉剂、消泡剂等。

[0369] 本发明的染料组合物也可以进一步包含添加剂。作为上述添加剂,例如可列举出助色剂、分散剂、填充剂、稳定剂、增塑剂、晶核剂、改性剂、发泡剂、紫外线吸收剂、光稳定剂、抗氧化剂、抗菌剂、防霉剂、抗静电剂、阻燃剂、无机填充剂及耐冲击性改良用的弹性体等。

[0370] 本发明的染料组合物从易操作性、安全性等观点出发优选为水系分散体。式(A)至(G)所表示的化合物由于亲油性高,因此为了得到水系分散体的形态的染料组合物,需要并用上述分散剂并通过珠磨机分散机来进行微粒分散化处理。

[0371] 需要说明的是,本发明的染料组合物可以是式(A)至(G)所表示的化合物使用非离子系分散剂微粒化分散于水系分散介质中而得到的状态的液状水系分散体、或将上述液状水系分散体的分散介质通过喷雾干燥等而除去粉体状中的任一者,但从制品寿命的观点出发优选为粉体状。

[0372] 本发明的染料组合物中的式(A)至(G)所表示的化合物的含量只要是保证染色时的易操作性的范围即可,优选为5至40质量%,更优选为10至30质量%。

[0373] 发明的染料组合物的制造方法优选可列举出以下的方法。

[0374] (1) 在水中投入非离子系分散剂、根据需要的粘度调整剂等各种添加剂并进行搅拌而制备分散剂溶液。

[0375] (2) 在(1)的分散剂溶液中投入式(A)至(G)所表示的化合物并进行搅拌而制备水系浆料。

[0376] (3) 通过珠磨机湿式分散机将(2)的水系浆料的微粒分散化处理进行至式(A)至(G)所表示的化合物的体积中值粒径成为 $1.0\mu\text{m}$ 以下、优选成为 $0.5\mu\text{m}$ 以下为止。

[0377] (4) 在(3)的微粒分散化处理物中加水而进行浓度调整,得到液状水系分散体。

[0378] (5) 在(4)的液状水系分散体中根据需要投入分散剂等各种添加剂并进行搅拌,通过喷雾干燥等除去分散介质,得到粉体状的染料组合物。

[0379] 可以使用所得到的(4)液状水系分散体或(5)粉体状的染料组合物,通过浸染法、印染法等来进行纤维的水系染色。

[0380] 用于将本发明的纤维进行染色的染料组合物中包含的通式(A)~(G)的化合物具有蓝色、紫色、红色、橙色、或黄色。上述染料组合物也可以单独或包含两种以上的通式(A)~(G)的化合物。在上述染料组合物包含两种以上的通式(A)~(G)的化合物的情况下,能够得到用于将纤维染色成各种色相或黑色的染料。

[0381] 对于用于将纤维染色成黑色的染料组合物,优选包含:含有选自通式(A)的化合物、通式(B)的化合物、通式(C)的化合物及通式(F)的化合物构成的组中的一种以上的紫色或蓝色的化合物中的至少一者、含有选自通式(C)的化合物及通式(D)的化合物构成的组中的一种以上的红色的化合物中的至少一者、以及选自通式(D)的化合物、通式(E)的化合物及通式(G)的化合物中的黄色或橙色的化合物中的至少一者;更优选包含:含有选自通式(A)的化合物、通式(B)的化合物及通式(F)的化合物构成的组中的一种以上的紫色或蓝色的化合物中的至少一者、通式(C)的化合物的红色的化合物、以及含有选自通式(D)的化合物及通式(E)的化合物构成的组中的一种以上的橙色的化合物中的至少一者;进一步优选包含:通式(A)的化合物的蓝色的化合物、通式(C)的化合物的红色的化合物以及通式(D)的化合物的橙色的化合物。

[0382] 表1

[0383] 用于将纤维染色成黑色的染料组合物

[0384]

	紫色或蓝色的化合物	红色的化合物	黄色或橙色的化合物
优选	通式 (A) 的化合物 通式 (B) 的化合物 通式 (C) 的化合物 通式 (F) 的化合物	通式 (C) 的化合物 通式 (D) 的化合物	通式 (D) 的化合物 通式 (E) 的化合物 通式 (G) 的化合物
更优选	通式 (A) 的化合物 通式 (B) 的化合物 通式 (F) 的化合物	通式 (C) 的化合物	通式 (D) 的化合物 通式 (E) 的化合物
进一步优选	通式 (A) 的化合物	通式 (C) 的化合物	通式 (D) 的化合物

[0385] 作为上述用于将纤维染色成黑色的染料组合物中的化合物的组成,优选的是:上述紫色或蓝色的化合物的混合比率为30至70质量%,上述红色的化合物的混合比率为5至25质量%,上述黄色或橙色的化合物的混合比率为15至55质量%的范围,更优选的是:上述紫色或蓝色的化合物的混合比率为40至60质量%,上述红色的化合物的混合比率为5至25质量%,上述黄色或橙色的化合物的混合比率为25至45质量%的范围。

[0386] 表2

[0387] 关于混合比率

[0388]

	紫色或蓝色的化合物	红色的化合物	黄色或橙色的化合物
	通式 (A) 的化合物 通式 (B) 的化合物 通式 (C) 的化合物 通式 (F) 的化合物	通式 (C) 的化合物 通式 (D) 的化合物	通式 (D) 的化合物 通式 (E) 的化合物 通式 (G) 的化合物
优选	30 至 70 质量%	5 至 25 质量%	15 至 55 质量%
更优选	40 至 60 质量%	5 至 25 质量%	25 至 45 质量%

[0389] 本发明中的作为被染色物的纤维例如可列举出聚酯纤维、聚烯烃纤维、丙烯腈系纤维等,优选为聚烯烃纤维。

[0390] 上述聚烯烃纤维例如可列举出由选自丙烯、乙烯、1-丁烯、3-甲基-1-丁烯、4-甲基-1-戊烯、1-辛烯等 α -烯烃的均聚物、这些 α -烯烃的共聚物、或与可与这些 α -烯烃共聚的其他不饱和单体的共聚物中的聚合物形成的纤维。此外,共聚物的种类例如可列举出嵌段共聚物、无规共聚物、接枝共聚物等。作为上述聚合物的具体例子,可列举出丙烯均聚物、丙烯-乙烯嵌段共聚物、丙烯-乙烯无规共聚物、丙烯-乙烯-(1-丁烯)共聚物等聚丙烯系树脂、低密度聚乙烯、中密度聚乙烯、高密度聚乙烯、直链状低密度聚乙烯、乙烯-乙酸乙烯酯共聚物、乙烯-丙烯酸乙酯共聚物等聚乙烯系树脂、聚1-丁烯、聚4-甲基-1-戊烯等。

[0391] 上述聚合物也可以单独或将2种以上组合使用来形成聚烯烃纤维。

[0392] 作为上述聚烯烃纤维,优选由聚丙烯系树脂和/或聚乙烯系树脂形成,更优选由聚丙烯系树脂形成。

[0393] 上述聚烯烃纤维的形状例如可以为块状(成型品等)、膜状、纤维状(布状(织物、编

织物、无纺布等)、纱状(长丝纱、细纱、切膜纱、裂膜纱等)等)等中的任一者,优选纤维状。

[0394] 上述聚烯烃纤维也可以是将其他的聚合物成分与聚丙烯树脂和/或聚乙烯树脂进行配合、接合等而形成的纤维。上述聚烯烃纤维也可以是在聚丙烯纤维中混纺、混纤等聚酯等其他的纤维而得到的纤维。

[0395] <纤维的染色方法>

[0396] 本发明如上所述提供一种方法,其是纤维的染色方法,包含使用本发明的染料组合物将纤维进行水系染色的工序。

[0397] 此外,上述染色工序优选为选自自由浸染、印染、喷墨染色、转印染色及连续染色构成的组中的至少一者,更优选为选自浸染及印染中的至少一者,进一步优选为印染。在上述染色工序为浸染的情况下,上述染色工序例如在本发明的染料组合物中将被染色物在加压下、优选在80℃至130℃、更优选在90℃至120℃下、优选浸渍30分钟至60分钟来进行。

[0398] 在上述纤维为聚烯烃的情况下,上述染色工序优选在80℃至130℃下进行。上述染色工序优选进行30分钟至60分钟。

[0399] 在上述纤维为聚丙烯的情况下,上述染色工序优选在110℃至130℃下进行。上述染色工序优选进行30分钟至60分钟。

[0400] 在上述纤维为聚乙烯的情况下,上述染色工序优选在90℃至110℃下进行。上述染色工序优选进行30分钟至60分钟。

[0401] 在上述染色工序为印染的情况下,上述染色工序例如将在天然糊剂(例如瓜尔胶等)、加工糊剂(例如羧甲基纤维素等)等糊剂中混合本发明的染料组合物而制备的印染糊剂印花到被染色物之后,例如在90℃至200℃下实施1分钟至20分钟的蒸汽处理、或20秒至5分钟的干热处理来进行。

[0402] 在上述纤维为聚烯烃的情况下,上述染色工序优选在80℃至130℃下、进行1分钟至10分钟蒸汽处理。

[0403] 在上述纤维为聚丙烯的情况下,上述染色工序优选在110℃至130℃下、进行1分钟至10分钟蒸汽处理。

[0404] 在上述纤维为聚乙烯的情况下,上述染色工序优选在90℃至110℃下、进行1分钟至10分钟蒸汽处理。

[0405] 在上述染色工序为喷墨染色的情况下,上述染色工序例如在本发明的液状染料组合物中添加甘油、二乙二醇等低挥发性水溶性有机溶剂等来制备喷墨印刷用油墨,使用喷墨方式的打印机而印刷到通过轧染等而预先赋予了糊剂等的布、纤维或所形成的纤维上之后,例如在90℃至200℃下、实施1分钟至20分钟的蒸汽处理、或20秒至5分钟的干热处理来进行。

[0406] 浸染的情况的本发明的染料相对于上述纤维的浓度例如为0.001% o.m.f.至10% o.m.f.,优选为0.001% o.m.f.至5% o.m.f.。需要说明的是,o.m.f.是指on the mass of fiber(相对于纤维质量)。

[0407] 印染的情况的本发明的染料相对于上述印染糊剂的浓度例如为0.001% o.m.p.至5% o.m.p.,优选为0.001% o.m.p.至2% o.m.p.。需要说明的是,o.m.p.是指on the mass of paste(相对于糊剂质量)。

[0408] 本发明提供一种纤维,其通过本发明的染色方法被染色。作为上述纤维的用途,例

如可列举出衣服、内衣、帽子、袜子、手套、运动用衣料等衣料品、座套等车辆内装饰材料、地毯、帘幕、地垫、沙发套、靠垫套等室内装饰用品等。

[0409] 以下,列举出实施例对本发明进一步进行具体说明,但本发明的方案并不限于这些。

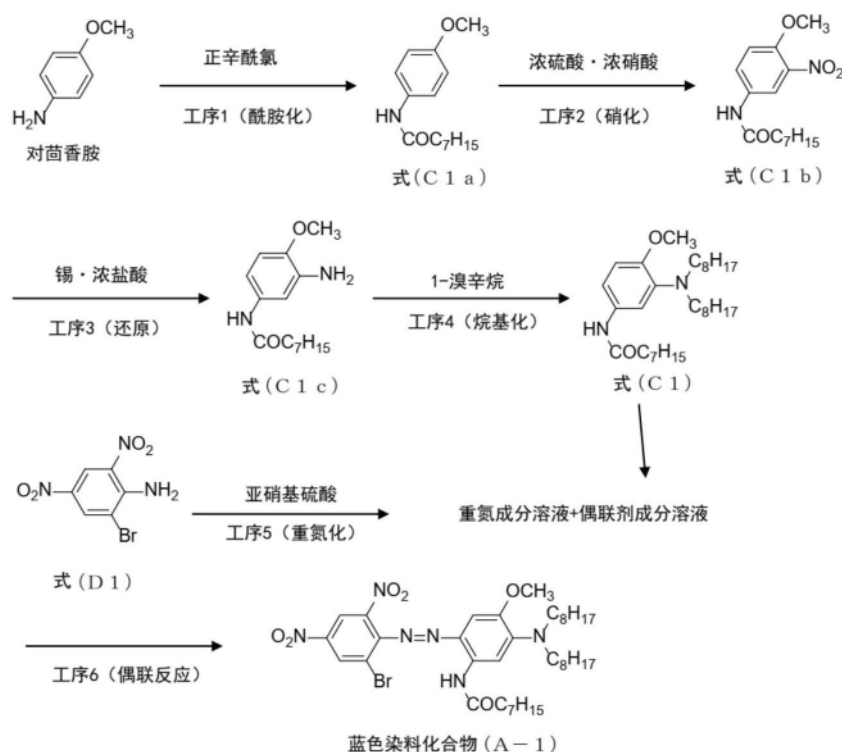
[0410] [实施例]

[0411] (合成例1)

[0412] [蓝色染料化合物(A-1)的合成]

[0413] 蓝色染料化合物(A-1)按照下述方案来制造。

[0414] [化学式42]

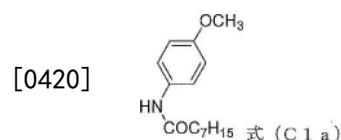


[0416] 1-A. 偶联剂化合物(C1)的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0417] (工序1)

[0418] 使对茴香胺(以市售品购入)(24.6g)溶解于DMF(35g)中,滴加吡啶(19g)。滴加正辛酰氯(以市售品购入)(34.2g)之后,加热至110℃,搅拌1小时。冷却至室温后,添加2M盐酸(150ml)使沉淀析出。将该混合物滤出,进行水洗、干燥,从而以粗产物得到下述式(C1a)所示的N-(4-甲氧基苯基)辛烷酰胺(53.1g、收率106.5%)。

[0419] [化学式43]

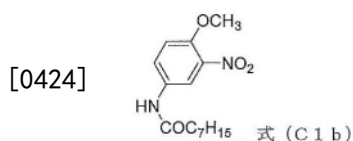


[0421] (工序2)

[0422] 在冷却至5℃的浓硫酸(30g)中,在5至10℃的范围内缓慢地添加上述工序1中得到的N-(4-甲氧基苯基)辛烷酰胺(12.5g)。在该混合物中在5至10℃的范围内用1小时滴加浓硝酸(4.57g)之后,在相同温度下搅拌1小时。将该反应混合物在冰水(150g)中进行净化,添

加乙酸乙酯(100g)而提取有机相。将该萃取物用饱和食盐水进行洗涤后,将溶剂减压蒸馏除去,由此以粗产物得到下述式(C1b)所示的N-(3-硝基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺(16.9g、收率114.8%)。

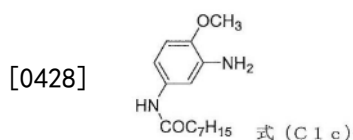
[0423] [化学式44]



[0425] (工序3)

[0426] 将上述工序2中得到的N-(3-硝基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺(16.9g)与锡(8.9g)与甲醇(7.5g)的混合物冷却至5℃。在该混合物中用1小时滴加浓盐酸(31.4g)后,升温至75至80℃,搅拌40分钟。将反应混合物冷却至10℃后,在10至20℃的范围内缓慢地添加48%氢氧化钠水溶液(55.2ml)。将该混合物滤出,进行水洗、干燥,从而得到下述式(C1c)所示的N-(3-氨基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺(9.19g、收率69.5%)。

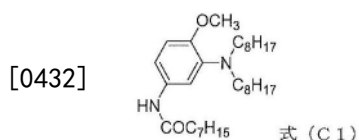
[0427] [化学式45]



[0429] (工序4)

[0430] 将上述工序3中得到的N-(3-氨基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺(13.2g)与三乙胺(15g)与DMF(15g)与1-溴辛烷(以市售品购入)(38.6g)的混合物升温至120℃,在相同温度下搅拌3小时,由此得到下述式(C1)所示的N-[3-(N,N-二辛基氨基)-4-甲氧基苯基]辛烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C1)的化合物的偶联剂成分溶液。

[0431] [化学式46]

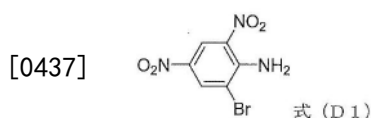


[0433] 1-B.重氮成分溶液的制备

[0434] (工序5)

[0435] 在浓硫酸(16g)与43%亚硝基硫酸(12.8g)的混合物中,在25至30℃的范围内缓慢地添加下述式(D1)所示的2-溴-4,6-二硝基苯胺(13.1g)。通过将该混合物在30至40℃下搅拌2小时,从而得到重氮成分溶液。

[0436] [化学式47]

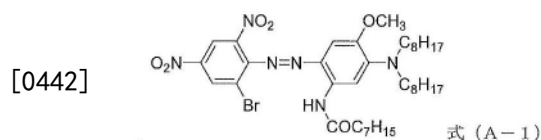


[0438] 1-C.利用偶联反应的蓝色染料化合物(A-1)的合成

[0439] (工序6)

[0440] 在0至10℃的范围内,将上述工序5中得到的重氮成分溶液用2小时滴加到上述工序4中得到的上述偶联剂成分溶液中,同时向该偶联剂成分溶液中适当添加三乙胺(84g),进行了偶联反应。将该混合物在0至10℃的范围内搅拌30分钟之后,从该反应混合物中滤出产物,用甲醇、接着用水进行洗涤,在60℃下干燥至水分成为1.0质量%以下为止,从而得到下述式(A-1)所示的蓝色染料化合物(5.93g、收率15.5%)。上述蓝色染色化合物通过LCMS分析(m/z 761(M^+))来确认其结构。

[0441] [化学式48]

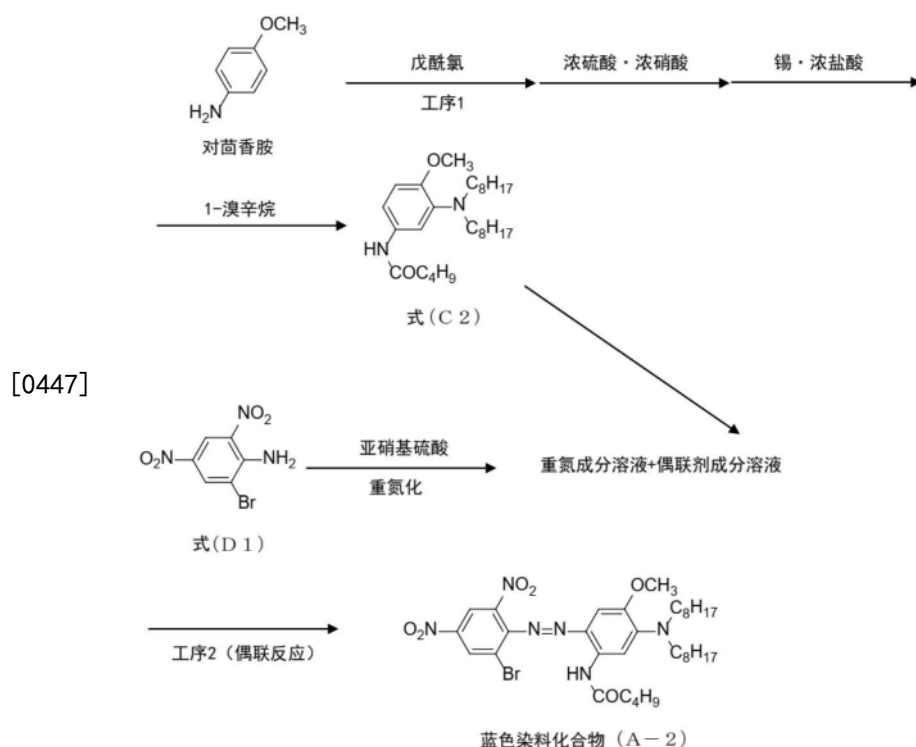


[0443] (合成例2)

[0444] [蓝色染料化合物(A-2)的合成]

[0445] 蓝色染料化合物(A-2)按照下述方案来制造。

[0446] [化学式49]

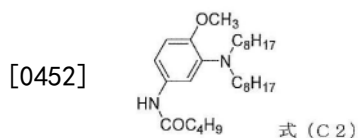


[0448] 2-A. 偶联剂化合物(C2)的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0449] (工序1)

[0450] 在合成例1的工序1中,使用戊酰氯(25.3g)来代替正辛酰氯,除此以外,与合成例1的工序1至4同样地操作,得到下述式(C2)所示的N-[3-(N,N-二辛基氨基)-4-甲氧基苯基]戊烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C2)的化合物的偶联剂成分溶液。

[0451] [化学式50]

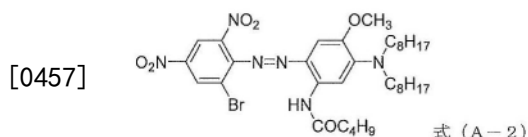


[0453] 2-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物 (A-2) 的合成

[0454] (工序2)

[0455] 作为偶联剂成分溶液,使用工序1中得到的式 (C2) 的化合物来代替式 (C1) 的化合物,除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式 (A-2) 所示的蓝色染料化合物 (8.03g、收率22.3%)。该蓝色染色化合物通过LCMS分析 (m/z 719 (M^+)) 来确认其结构。

[0456] [化学式51]

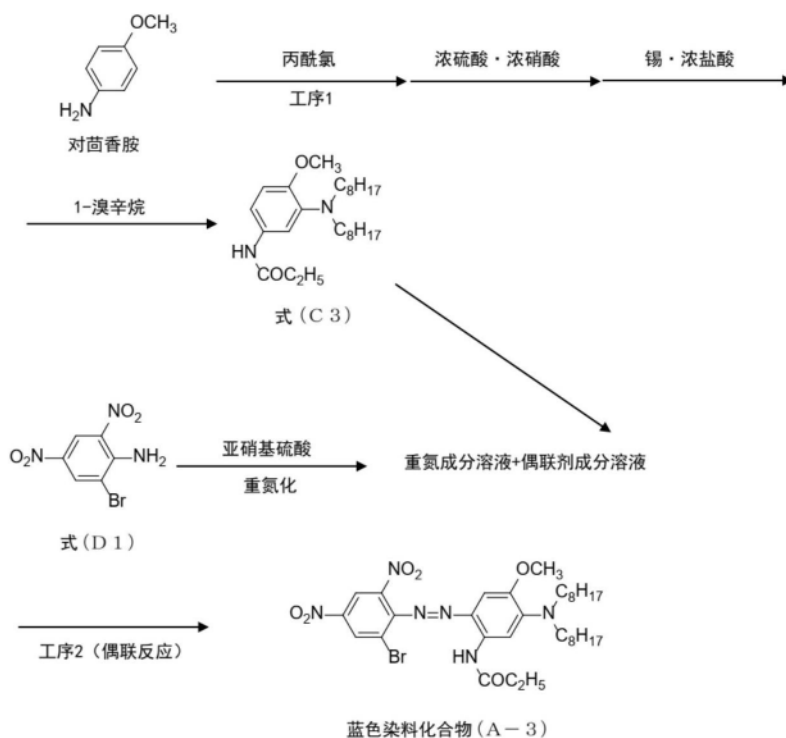


[0458] (合成例3)

[0459] [蓝色染料化合物 (A-3) 的合成]

[0460] 蓝色染料化合物 (A-3) 按照下述方案来制造。

[0461] [化学式52]



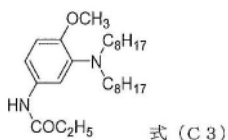
[0463] 3-A. 偶联剂化合物 (C3) 的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0464] (工序1)

[0465] 在合成例1的工序1中,使用丙酰氯 (19.4g) 来代替正辛酰氯,除此以外,与合成例1的工序1至4同样地操作,得到下述式 (C3) 所示的N-[3-(N,N-二辛基氨基)-4-甲氧基苯基]丙烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g),并冷却至5℃,从而得到包含式 (C3) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[0466] [化学式53]

[0467]



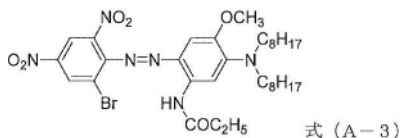
[0468] 3-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物 (A-3) 的合成

[0469] (工序2)

[0470] 作为偶联剂成分溶液,使用工序1中得到的式 (C3) 的化合物来代替式 (C1) 的化合物,除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式 (A-3) 所示的蓝色染料化合物 (5.85g、收率16.9%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 691 (M^+)) 来确认其结构。

[0471] [化学式54]

[0472]

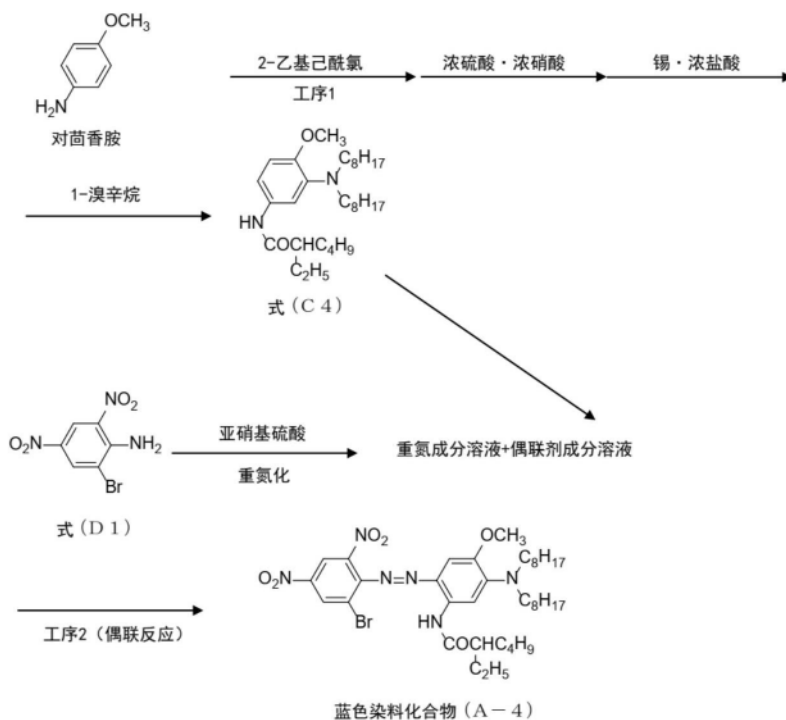


[0473] (合成例4)

[0474] [蓝色染料化合物 (A-4) 的合成]

[0475] 蓝色染料化合物 (A-4) 按照下述方案来制造。

[0476] [化学式55]



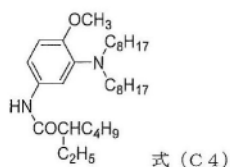
[0478] 4-A. 偶联剂化合物C4的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0479] (工序1)

[0480] 在合成例1的工序1中,使用2-乙基己酰氯 (34.2g) 来代替正辛酰氯,除此以外,与合成例1的工序1至4同样地操作,得到下述式 (C4) 所示的N-[3-(N,N-二辛基氨基)-4-甲氧基苯基]-2-乙基己烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g), 并冷却至5℃, 从而得到包含式 (C4) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[0481] [化学式56]

[0482]



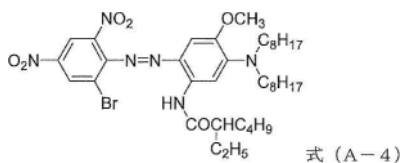
[0483] 4-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物 (A-4) 的合成

[0484] (工序2)

[0485] 作为偶联剂成分溶液,使用工序1中得到的式 (C4) 的化合物来代替式 (C1) 的化合物,除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式 (A-4) 所示的蓝色染料化合物 (9.63g、收率25.3%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 761 (M^+)) 来确认其结构。

[0486] [化学式57]

[0487]

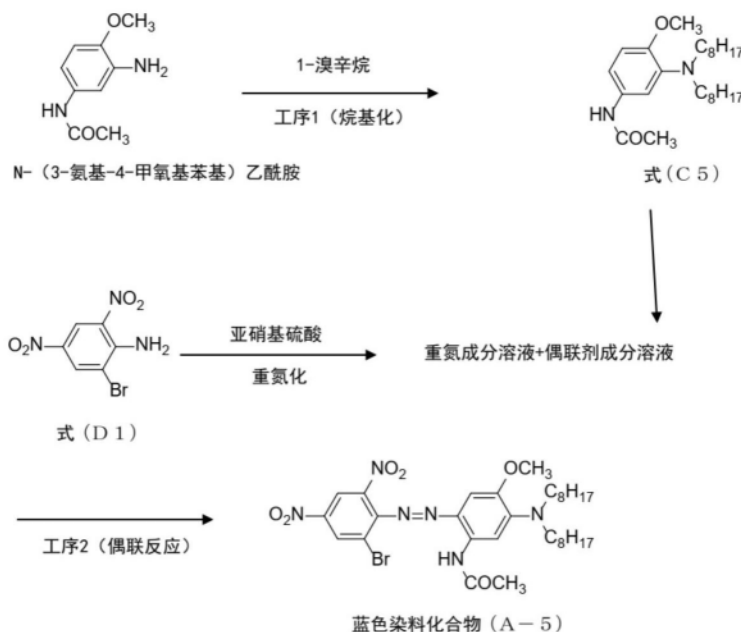


[0488] (合成例5)

[0489] [蓝色染料化合物 (A-5) 的合成]

[0490] 蓝色染料化合物 (A-5) 按照下述方案来制造。

[0491] [化学式58]

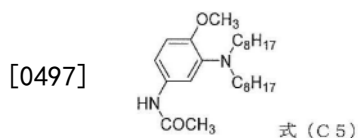


[0493] 5-A. 偶联剂化合物C5的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0494] (工序1)

[0495] 在合成例1的工序4中,使用N-(3-氨基-4-甲氧基苯基)乙酰胺(以市售品购入) (9.0g) 来代替N-(3-氨基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺,除此以外,与合成例1的工序4同样地操作,得到下述式 (C5) 所示的N-[3-(N,N-二辛基氨基)-4-甲氧基苯基]乙酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g),并冷却至5℃,从而得到包含式 (C5) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[0496] [化学式59]

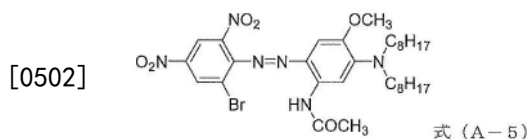


[0498] 5-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物 (A-5) 的合成

[0499] (工序2)

[0500] 作为偶联剂成分溶液,使用工序1中得到的式 (C5) 的化合物来代替式 (C1) 的化合物,除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式 (A-5) 所示的蓝色染料化合物 (20.3g、收率60.0%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 677 (M^+)) 来确认其结构。

[0501] [化学式60]

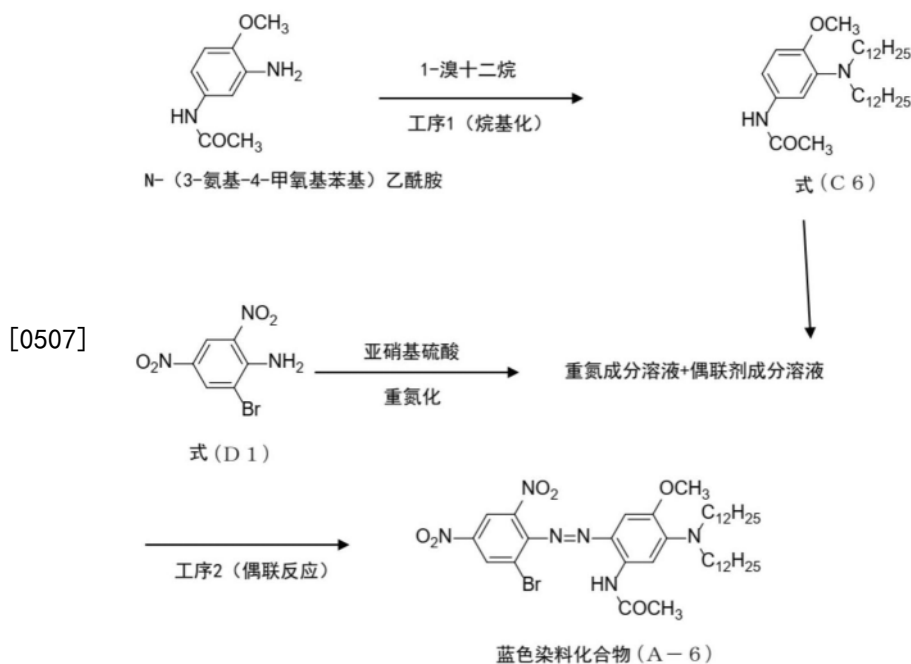


[0503] (合成例6)

[0504] [蓝色染料化合物 (A-6) 的合成]

[0505] 蓝色染料化合物 (A-6) 按照下述方案来制造。

[0506] [化学式61]

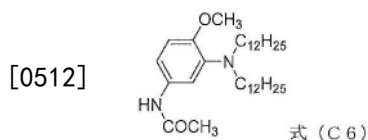


[0508] 6-A. 偶联剂化合物 (C6) 的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0509] (工序1)

[0510] 在合成例1的工序4中,使用1-溴十二烷 (49.8g) 来代替1-溴辛烷、使用N-(3-氨基-4-甲氧基苯基)乙酰胺 (9.0g) 来代替N-(3-氨基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺,除此以外,与合成例1的工序4同样地操作,得到下述式 (C6) 所示的N-[3-(N,N-双十二烷基氨基)-4-甲氧基苯基]乙酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g),并冷却至5℃,从而得到包含式 (C6) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[0511] [化学式62]

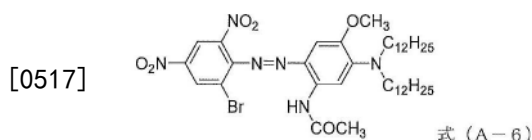


[0513] 6-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物 (A-6) 的合成

[0514] (工序2)

[0515] 作为偶联剂成分溶液,使用工序1中得到的式 (C6) 的化合物来代替式 (C1) 的化合物,除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式 (A-6) 所示的蓝色染料化合物 (19.3g、收率48.9%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 789 (M^+)) 来确认其结构。

[0516] [化学式63]

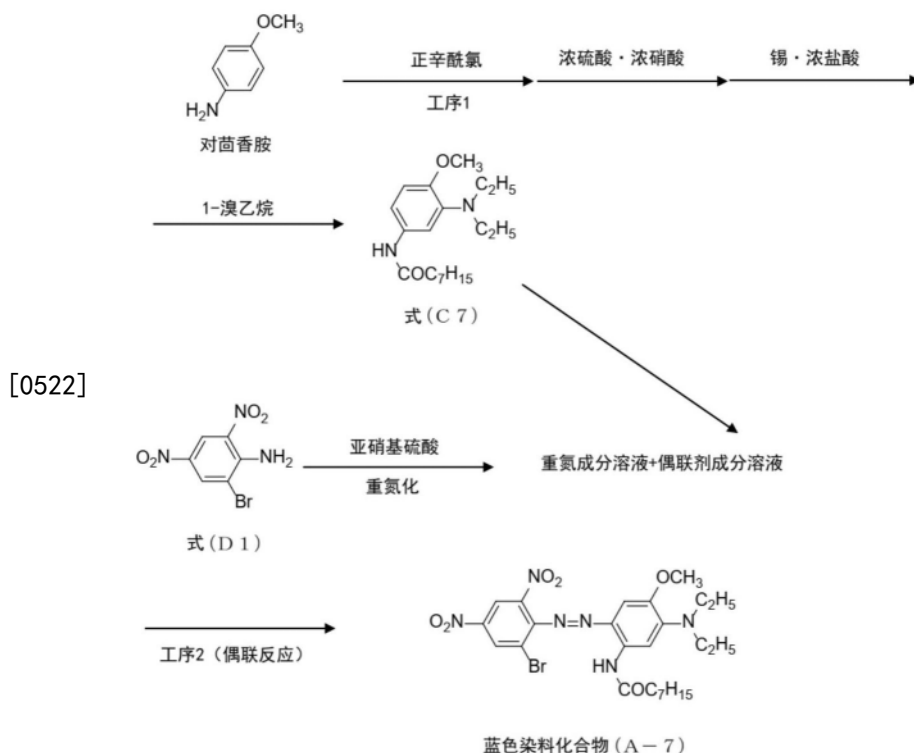


[0518] (合成例7)

[0519] [蓝色染料化合物 (A-7) 的合成]

[0520] 蓝色染料化合物 (A-7) 按照下述方案来制造。

[0521] [化学式64]

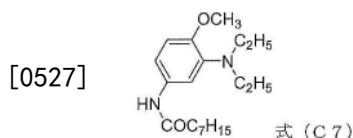


[0523] 7-A. 偶联剂化合物C7的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0524] (工序1)

[0525] 在合成例1的工序4中,使用1-溴乙烷 (27.3g) 来代替1-溴辛烷,除此以外,与合成例1的工序4同样地操作,得到下述式 (C7) 所示的N-[3-(N,N-二乙基氨基)-4-甲氧基苯基]辛烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g),并冷却至5℃,从而得到包含式 (C7) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[0526] [化学式65]



[0528] 7-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物 (A-7) 的合成

[0529] (工序2)

[0530] 作为偶联剂成分溶液,使用工序1中得到的式 (C7) 的化合物来代替式 (C1) 的化合物,除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式 (A-7) 所示的蓝色染料化合物 (7.71g、收率26.0%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 593 (M^+)) 来确认其结构。

[0531] [化学式66]

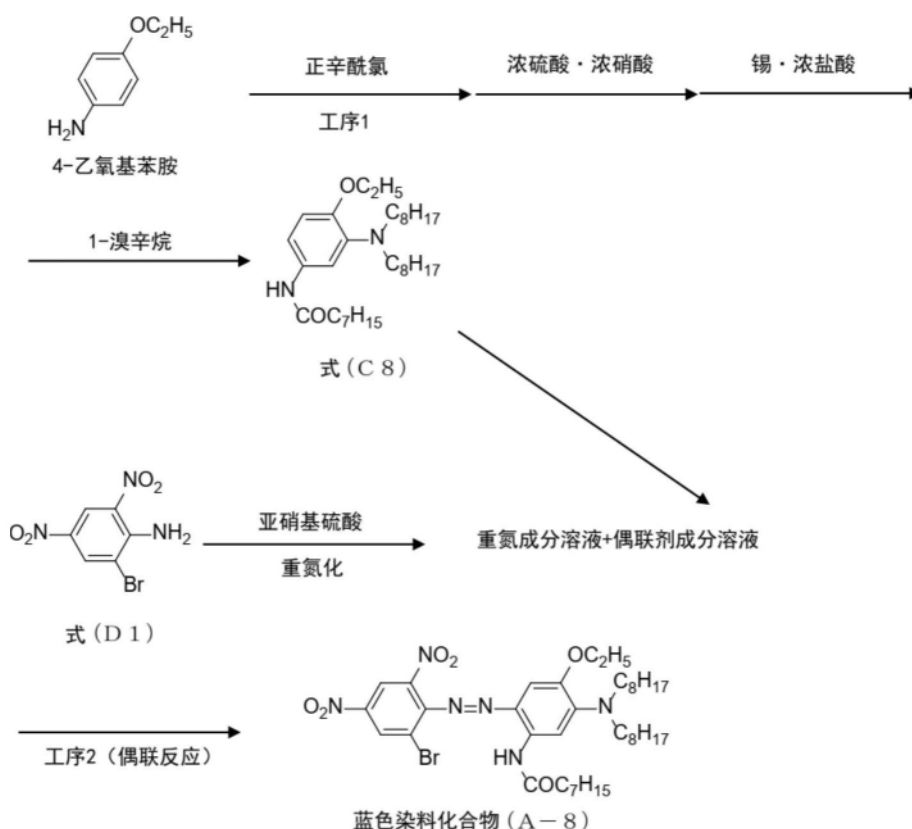


[0533] (合成例8)

[0534] [蓝色染料化合物 (A-8) 的合成]

[0535] 蓝色染料化合物 (A-8) 按照下述方案来制造。

[0536] [化学式67]



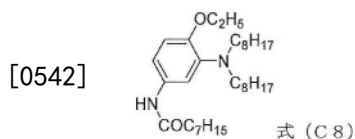
[0538] 8-A. 偶联剂化合物C8的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0539] (工序1)

[0540] 在合成例1的工序1中,使用4-乙氧基苯胺 (27.4g) 来代替对茴香胺,除此以外,与合成例1的工序1至4同样地操作,得到下述式 (C8) 所示的N-[3-(N,N-二辛基氨基)-4-乙氧

基苯基]辛烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C8)的化合物的偶联剂成分溶液。

[0541] [化学式68]

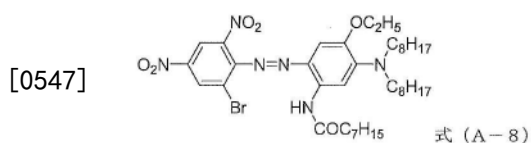


[0543] 8-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物(A-8)的合成

[0544] (工序2)

[0545] 作为偶联剂成分溶液,使用工序1中得到的式(C8)的化合物来代替式(C1)的化合物,除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式(A-8)所示的蓝色染料化合物(4.50g、收率11.6%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析(m/z 775(M^+))来确认其结构。

[0546] [化学式69]

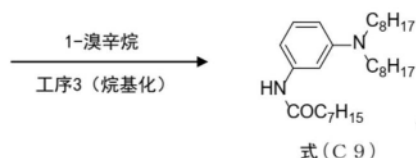
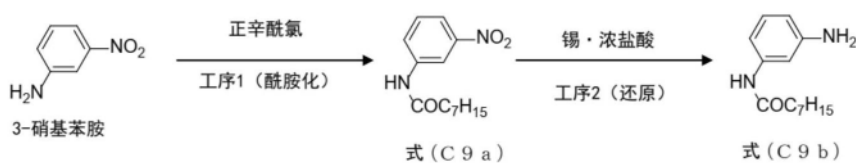


[0548] (合成例9)

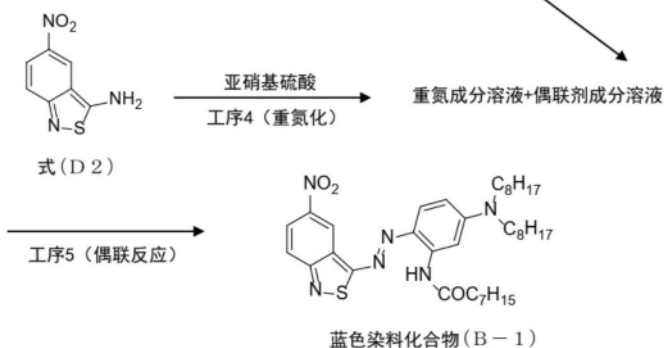
[0549] [蓝色染料化合物(B-1)的合成]

[0550] 蓝色染料化合物(B-1)按照下述方案来制造。

[0551] [化学式70]



[0552]



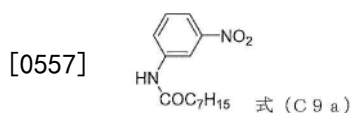
[0553] 9-A. 偶联剂化合物C9的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0554] (工序1)

[0555] 使用3-硝基苯胺(27.6g)来代替对茴香胺,除此以外,与合成例1的工序1同样地操

作,以粗产物得到下述式 (C9a) 所示的N- (3-硝基苯基) 辛烷酰胺 (53.6g、收率101.4%)。

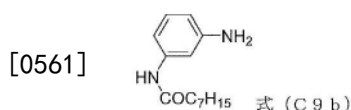
[0556] [化学式71]



[0558] (工序2)

[0559] 使用N- (3-硝基苯基) 辛烷酰胺 (13.2g) 来代替N- (3-硝基-4-甲氧基苯基) 辛烷酰胺,除此以外,与合成例1的工序3同样地操作,得到下述式 (C9b) 所示的N- (3-氨基苯基) 辛烷酰胺 (9.48g、收率80.9%)。

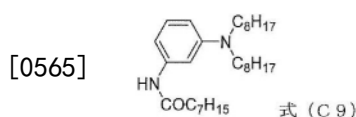
[0560] [化学式72]



[0562] (工序3)

[0563] 使用N- (3-氨基苯基) 辛烷酰胺 (11.7g) 来代替N- (3-氨基-4-甲氧基苯基) 辛烷酰胺,除此以外,与合成例1的工序4同样地操作,得到下述式 (C9) 所示的N- [3- (N,N-二辛基氨基) 苯基] 辛烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g), 并冷却至5℃, 从而得到包含式 (C9) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[0564] [化学式73]

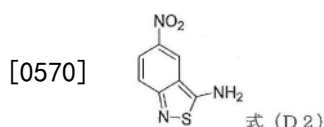


[0566] 9-B. 重氮成分溶液的制备

[0567] (工序4)

[0568] 在浓硫酸 (29g) 与43%亚硝基硫酸 (12.7g) 的混合物中,在0至5℃的范围内缓慢地添加下述式 (D2) 所示的3-氨基-5-硝基-2,1-苯并异噻唑 (8.15g)。通过在0至5℃的范围内在该混合物中缓慢地滴加80%乙酸 (10g) 之后,在相同温度下搅拌2小时,从而得到重氮成分溶液。

[0569] [化学式74]

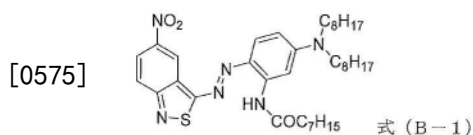


[0571] 9-C. 利用偶联反应的蓝色染料化合物 (B-1) 的合成

[0572] (工序5)

[0573] 在0至10℃的范围内,将上述重氮成分溶液 (D2) 用2小时滴加到上述偶联剂成分溶液 (C9) 中,同时向该偶联剂成分溶液 (C9) 中适当添加三乙胺 (43g),进行了偶联反应。在0至10℃的范围内搅拌20分钟之后,从该反应混合物中滤出产物,用甲醇、接着用水进行洗涤,在60℃下干燥至水分成为1.0质量%以下为止,从而得到下述式 (B-1) 所示的蓝色染料化合物 (20.9g、收率62.9%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析 (m/z665 (M⁺)) 来确认其结构。

[0574] [化学式75]

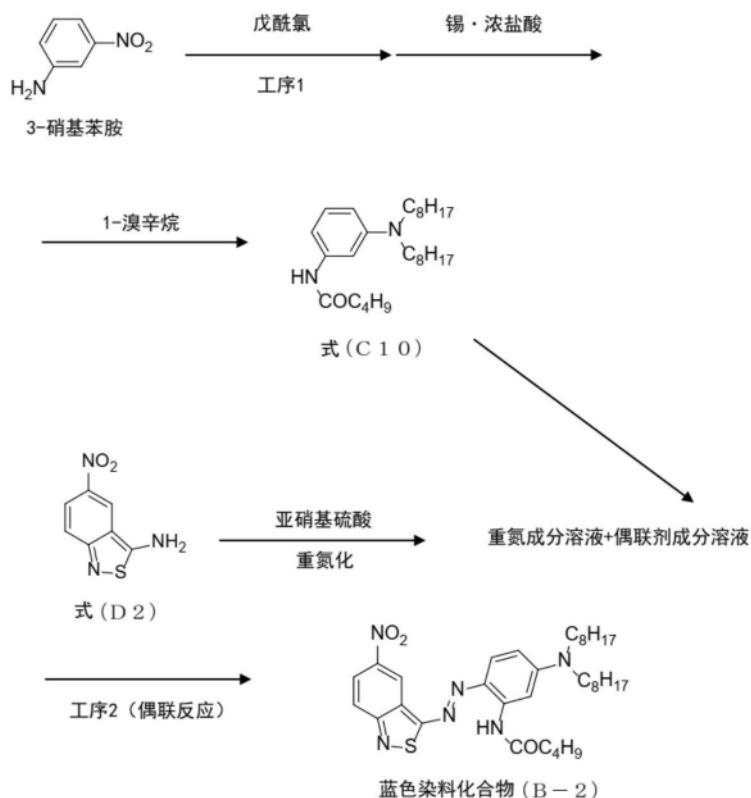


[0576] (合成例10)

[0577] [蓝色染料化合物 (B-2) 的合成]

[0578] 蓝色染料化合物 (B-2) 按照下述方案来制造。

[0579] [化学式76]

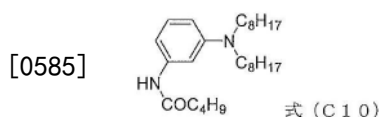


[0581] 10-A. 偶联剂化合物C10的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0582] (工序1)

[0583] 在合成例9的工序1中,使用戊酰氯 (25.3g) 来代替正辛酰氯,除此以外,与合成例9的工序1至3同样地操作,得到下述式 (C10) 所示的N-[3-(N,N-二辛基氨基)苯基]戊烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g),并冷却至5℃,从而得到包含式 (C10) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[0584] [化学式77]

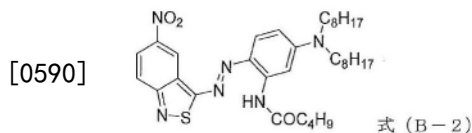


[0586] 10-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物 (B-2) 的合成

[0587] (工序2)

[0588] 作为偶联剂成分溶液,使用工序1中得到的式 (C10) 的化合物来代替式 (C9) 的化合物,除此以外,与合成例9的工序4及5同样地操作,得到下述式 (B-2) 所示的蓝色染料化合物 (9.47g、收率30.4%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 623 (M^+)) 来确认其结构。

[0589] [化学式78]

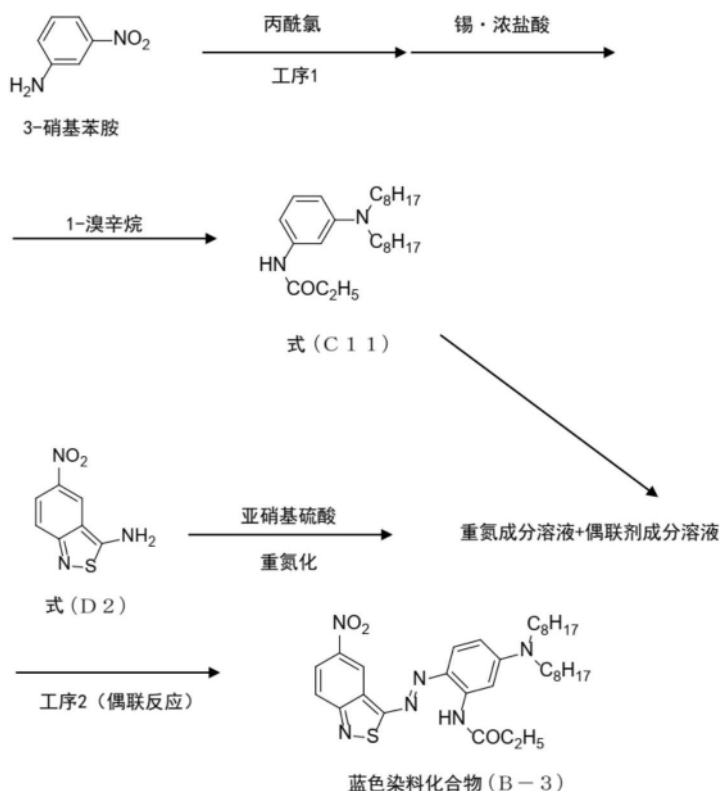


[0591] (合成例11)

[0592] [蓝色染料化合物 (B-3) 的合成]

[0593] 蓝色染料化合物 (B-3) 按照下述方案来制造。

[0594] [化学式79]

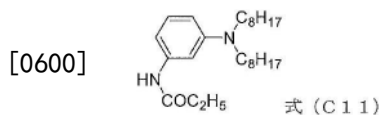


[0596] 11-A. 偶联剂化合物C11的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0597] (工序1)

[0598] 在合成例9的工序1中,使用丙酰氯 (19.4g) 来代替正辛酰氯,除此以外,与合成例9的工序1至3同样地操作,得到下述式 (C11) 所示的N-[3-(N,N-二辛基氨基)苯基]丙烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g),并冷却至5℃,从而得到包含式 (C11) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[0599] [化学式80]



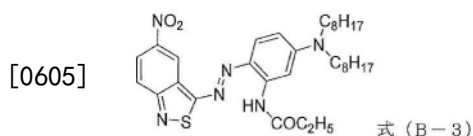
[0601] 11-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物 (B-3) 的合成

[0602] (工序2)

[0603] 作为偶联剂成分溶液,使用工序1中得到的式 (C11) 的化合物来代替式 (C9) 的化合物,除此以外,与合成例9的工序4及5同样地操作,得到下述式 (B-3) 所示的蓝色染料化合物

(13.4g、收率45.0%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析(m/z 595(M^+))来确认其结构。

[0604] [化学式81]

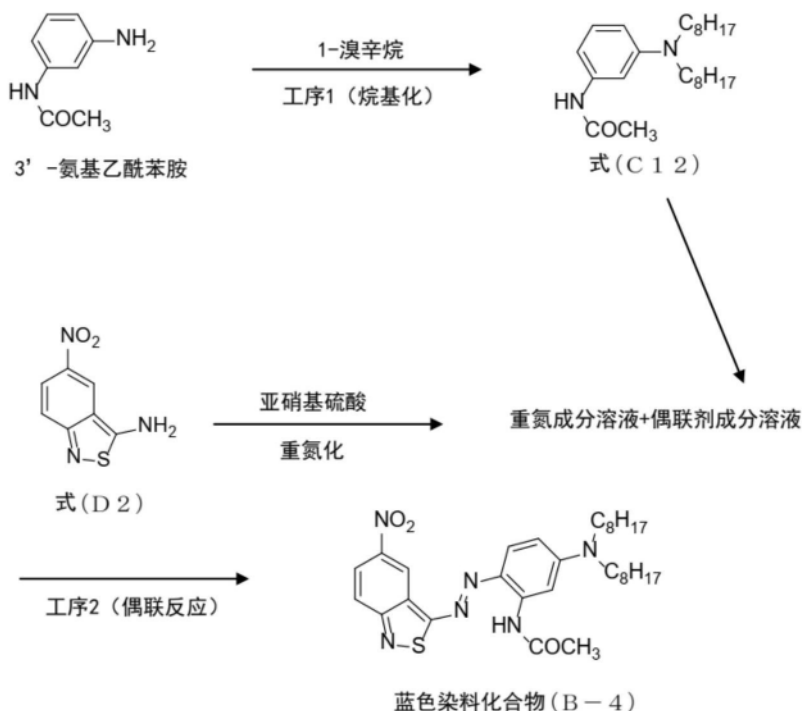


[0606] (合成例12)

[0607] [蓝色染料化合物(B-4)的合成]

[0608] 蓝色染料化合物(B-4)按照下述方案来制造。

[0609] [化学式82]

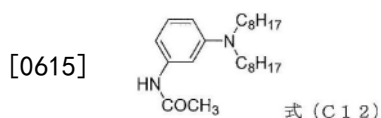


[0611] 12-A. 偶联剂化合物C12的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0612] (工序1)

[0613] 在合成例9的工序3中,使用3'-氨基乙酰苯胺(7.50g)来代替N-(3-氨基苯基)辛烷酰胺,除此以外,与合成例9的工序3同样地操作,得到下述式(C12)所示的N-[3-(N,N-二辛基氨基)苯基]乙酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C12)的化合物的偶联剂成分溶液。

[0614] [化学式83]

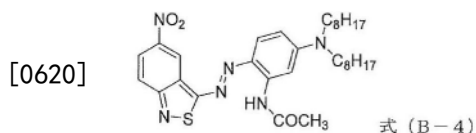


[0616] 12-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物(B-4)的合成

[0617] (工序2)

[0618] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C12)的化合物来代替式(C9)的化合物,除此以外,与合成例9的工序4及5同样地操作,得到下述式(B-4)所示的蓝色染料化合物(20.3g、收率69.9%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析(m/z 581(M^+))来确认其结构。

[0619] [化学式84]

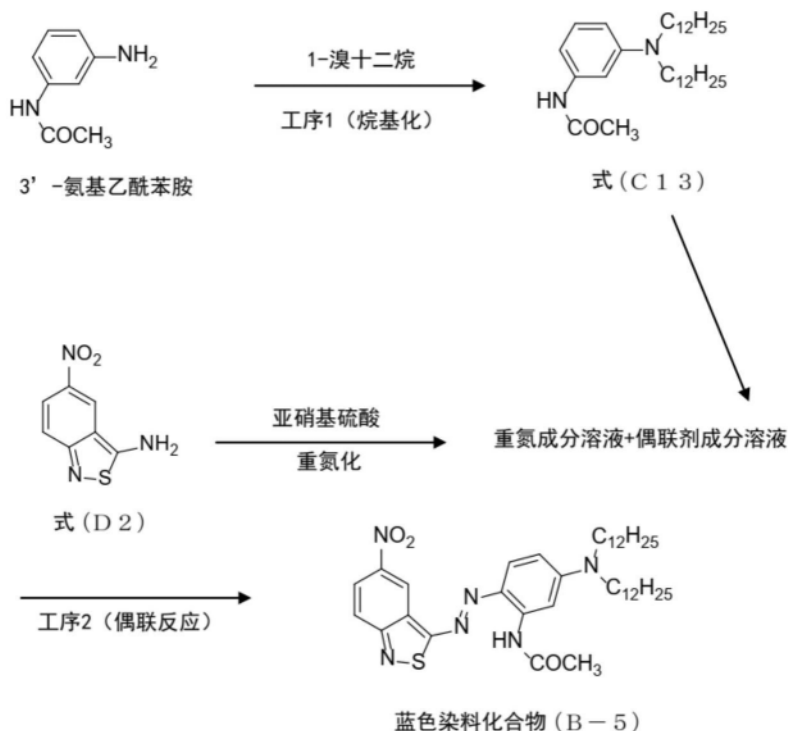


[0621] (合成例13)

[0622] [蓝色染料化合物 (B-5) 的合成]

[0623] 蓝色染料化合物 (B-5) 按照下述方案来制造。

[0624] [化学式85]

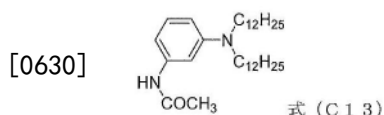


[0626] 13-A. 偶联剂化合物C13的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0627] (工序1)

[0628] 在合成例9的工序3中,使用1-溴十二烷(49.8g)来代替1-溴辛烷,使用3'-氨基乙酰苯胺(7.50g)来代替N-(3-氨基苯基)辛烷酰胺,除此以外,与合成例9的工序3同样地操作,得到下述式(C13)所示的N-[3-(N,N-双十二烷基氨基)苯基]乙酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C13)的化合物的偶联剂成分溶液。

[0629] [化学式86]

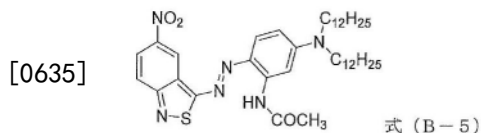


[0631] 13-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物 (B-5) 的合成

[0632] (工序2)

[0633] 作为偶联剂成分溶液,使用工序1中得到的式(C13)的化合物来代替式(C9)的化合物,除此以外,与合成例9的工序4及5同样地操作,得到下述式(B-5)所示的蓝色染料化合物(9.81g、收率28.3%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析(m/z 693(M^+))来确认其结构。

[0634] [化学式87]

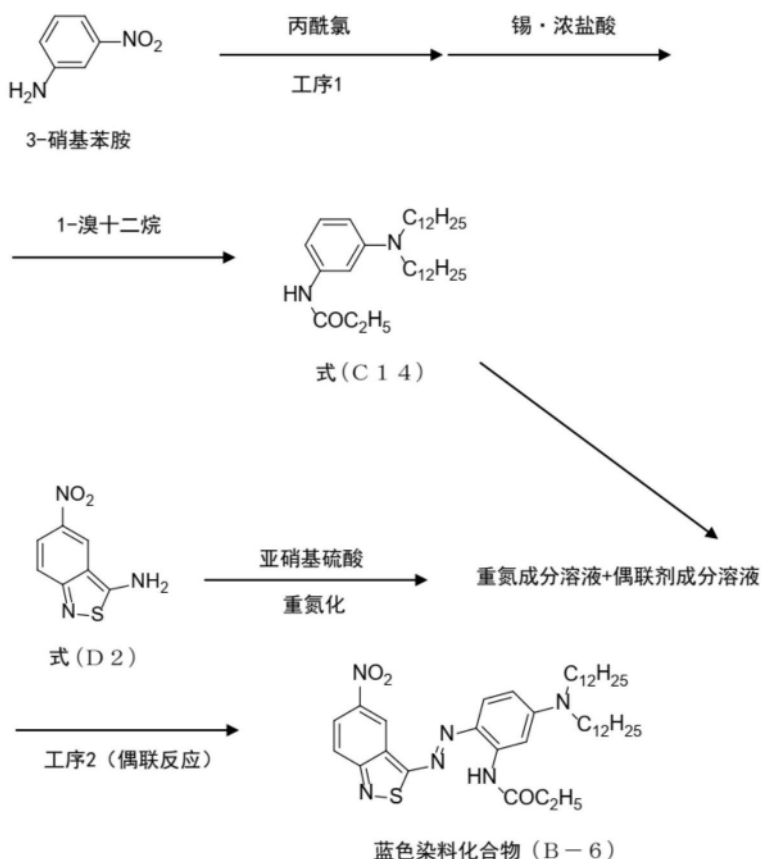


[0636] (合成例14)

[0637] [蓝色染料化合物 (B-6) 的合成]

[0638] 蓝色染料化合物 (B-6) 按照下述方案来制造。

[0639] [化学式88]

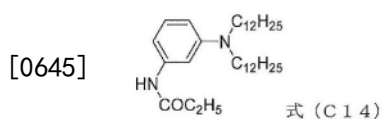


[0641] 14-A. 偶联剂化合物C14的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0642] (工序1)

[0643] 在合成例9的工序1中,使用丙酰氯 (19.4g) 来代替正辛酰氯,在合成例9的工序3中使用1-溴十二烷 (49.8g) 来代替1-溴辛烷,除此以外,与合成例9的工序1至3同样地操作,得到下述式 (C14) 所示的N-[3- (N,N-双十二烷基氨基) 苯基]丙烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g),并冷却至5℃,从而得到包含式 (C14) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[0644] [化学式89]



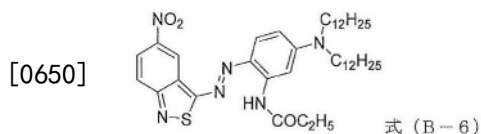
[0646] 14-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物 (B-6) 的合成

[0647] (工序2)

[0648] 作为偶联剂成分溶液,使用式 (C14) 的化合物来代替式 (C9) 的化合物,除此以外,

与合成例9的工序4及5同样地操作,得到下述式(B-6)所示的蓝色染料化合物(5.73g、收率16.2%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析(m/z 707(M^+))来确认其结构。

[0649] [化学式90]

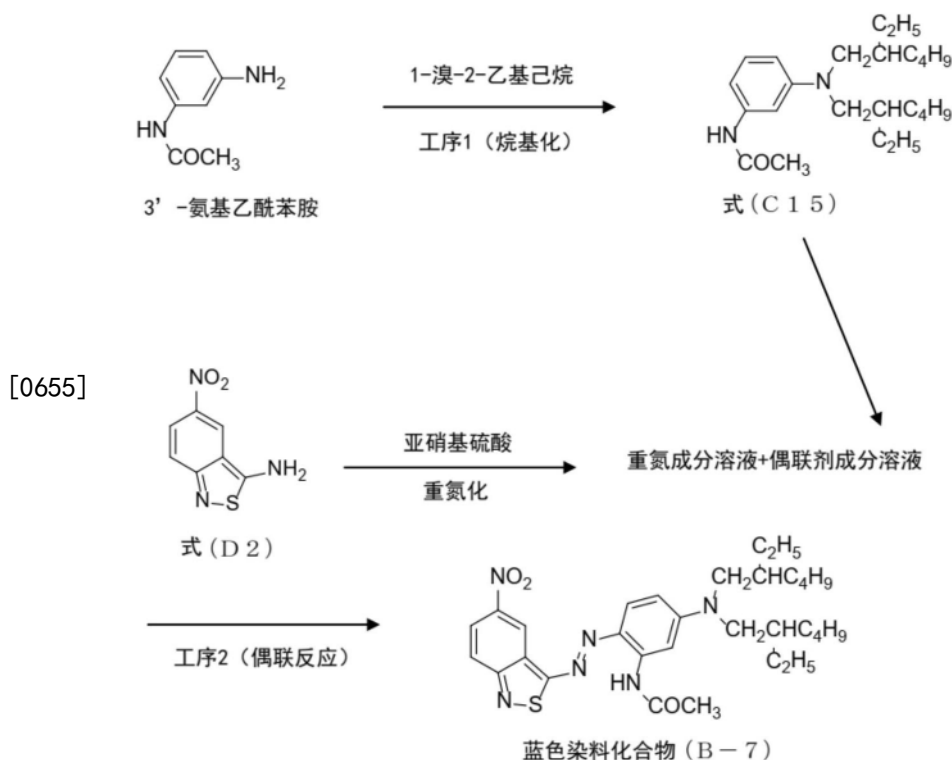


[0651] (合成例15)

[0652] [蓝色染料化合物(B-7)的合成]

[0653] 蓝色染料化合物(B-7)按照下述方案来制造。

[0654] [化学式91]

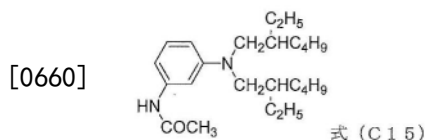


[0656] 15-A. 偶联剂化合物C15的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0657] (工序1)

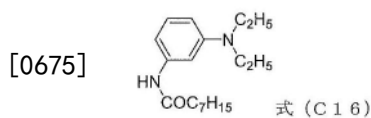
[0658] 在合成例9的工序3中,使用3'-氨基乙酰苯胺(7.50g)来代替N-(3-氨基苯基)辛烷酰胺,使用1-溴-2-乙基己烷(38.6g)来代替1-溴辛烷,除此以外,与合成例9的工序3同样地操作,得到下述式(C15)所示的N-[3-[N,N-二(2-乙基己基)氨基]苯基]丙烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C15)的化合物的偶联剂成分溶液。

[0659] [化学式92]



[0661] 15-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物(B-7)的合成

[0662] (工序2)

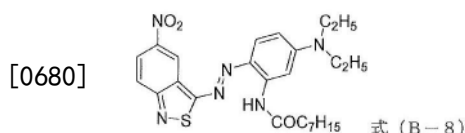


[0676] 16-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物 (B-8) 的合成

[0677] (工序2)

[0678] 作为偶联剂成分溶液,使用工序1中得到的式 (C16) 的化合物来代替式 (C9) 的化合物,除此以外,与合成例9的工序4及5同样地操作,得到下述式 (B-8) 所示的蓝色染料化合物 (23.2g、收率93.4%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 497 (M^+)) 来确认其结构。

[0679] [化学式96]

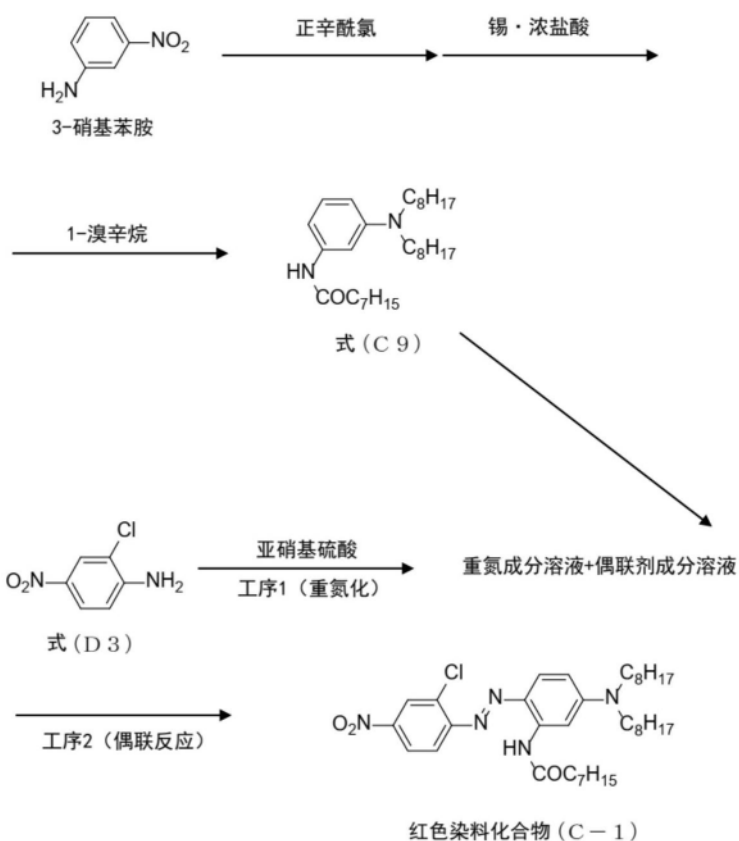


[0681] (合成例17)

[0682] [红色染料化合物 (C-1) 的合成]

[0683] 红色染料化合物 (C-1) 按照下述方案来制造。

[0684] [化学式97]

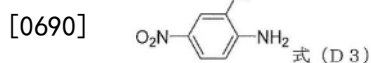


[0686] 17-A. 重氮成分溶液的制备

[0687] (工序1)

[0688] 在浓硫酸 (16g) 与43%亚硝基硫酸 (15.6g) 的混合物中,在30至35℃的范围内添加下述式 (D3) 所示的2-氯-4-硝基苯胺 (8.65g),在相同温度下搅拌2小时,从而得到重氮成分溶液。

[0689] [化学式98]

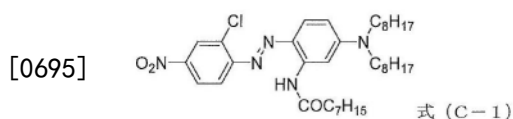


[0691] 17-B. 利用偶联反应的红色染料化合物 (C-1) 的合成

[0692] (工序2)

[0693] 包含式 (C9) 的化合物的偶联剂成分溶液的制备与合成例9的工序1至3同样地操作来进行。在0至10℃的范围内,将工序1中得到的上述重氮成分溶液用2小时滴加到上述偶联剂成分溶液中,同时向该偶联剂成分溶液中适当添加三乙胺 (28g),进行了偶联反应。在0至10℃的范围内搅拌20分钟之后,从该反应混合物中滤出产物,用甲醇、接着用水进行洗涤,在60℃下干燥至水分成为1.0质量%以下为止,从而得到下述式 (C-1) 所示的红色染料化合物 (24.3g、收率75.7%)。上述红色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 642 (M^+)) 来确认其结构。

[0694] [化学式99]

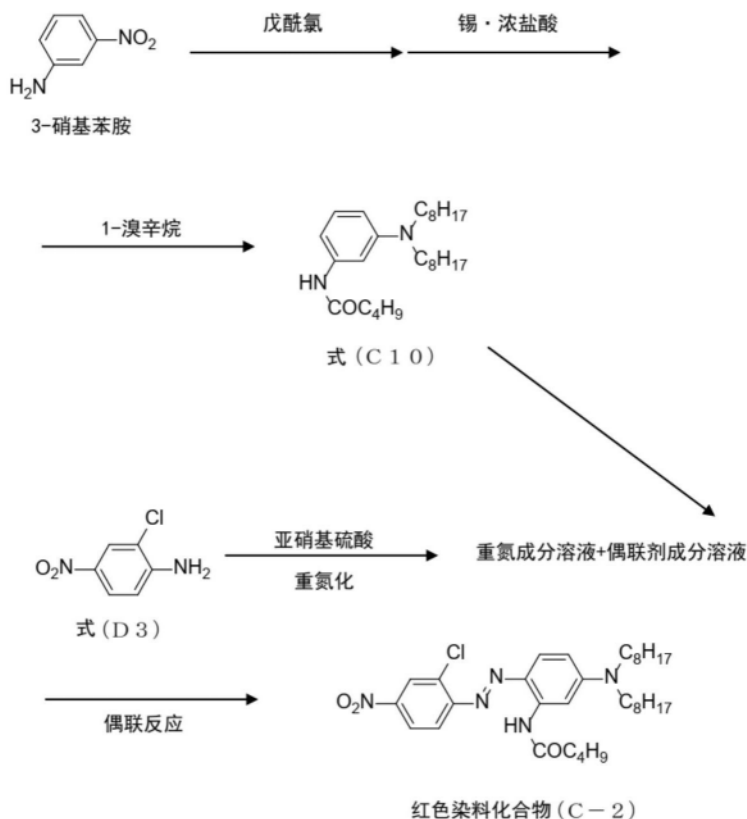


[0696] (合成例18)

[0697] [红色染料化合物 (C-2) 的合成]

[0698] 红色染料化合物 (C-2) 按照下述方案来制造。

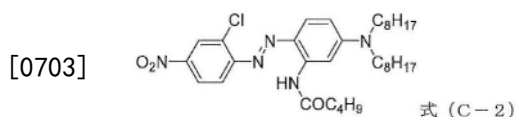
[0699] [化学式100]



[0701] 作为偶联剂成分溶液,使用式 (C10) 的化合物来代替式 (C9) 的化合物,除此以外,与合成例17的工序1及2同样地操作,得到下述式 (C-2) 所示的红色染料化合物 (10.4g、收率

34.7%)。上述红色染料化合物通过LCMS分析 ($m/z600(M^+)$) 来确认其结构。

[0702] [化学式101]

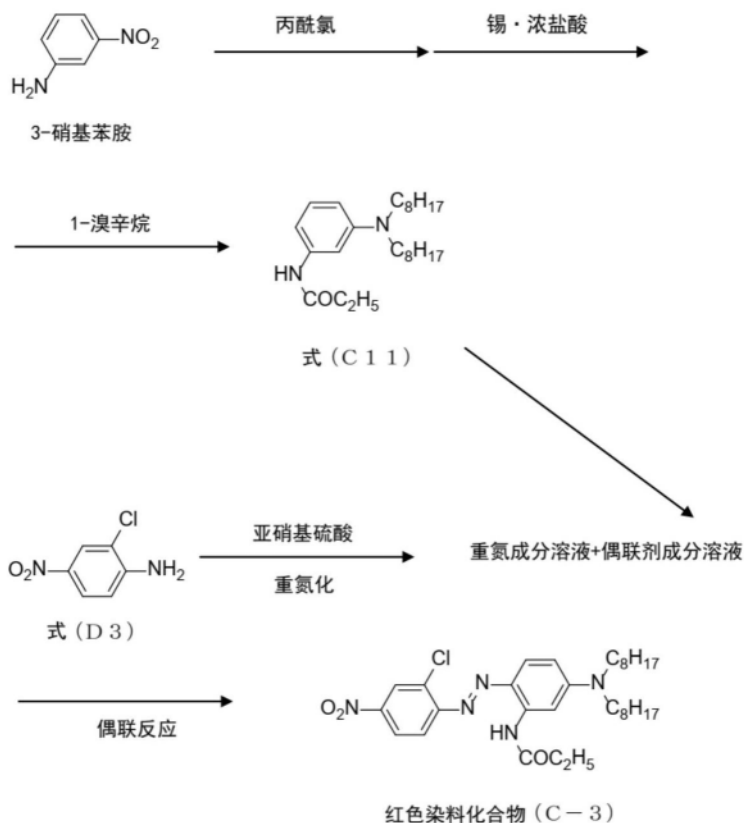


[0704] (合成例19)

[0705] [红色染料化合物 (C-3) 的合成]

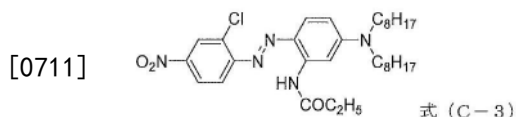
[0706] 红色染料化合物 (C-3) 按照下述方案来制造。

[0707] [化学式102]



[0709] 作为偶联剂成分溶液,使用式 (C11) 的化合物来代替式 (C9) 的化合物,除此以外,与合成例17的工序1及2同样地操作,得到下述式 (C-3) 所示的红色染料化合物 (12.9g、收率 45.1%)。上述红色染料化合物通过LCMS分析 ($m/z572(M^+)$) 来确认其结构。

[0710] [化学式103]

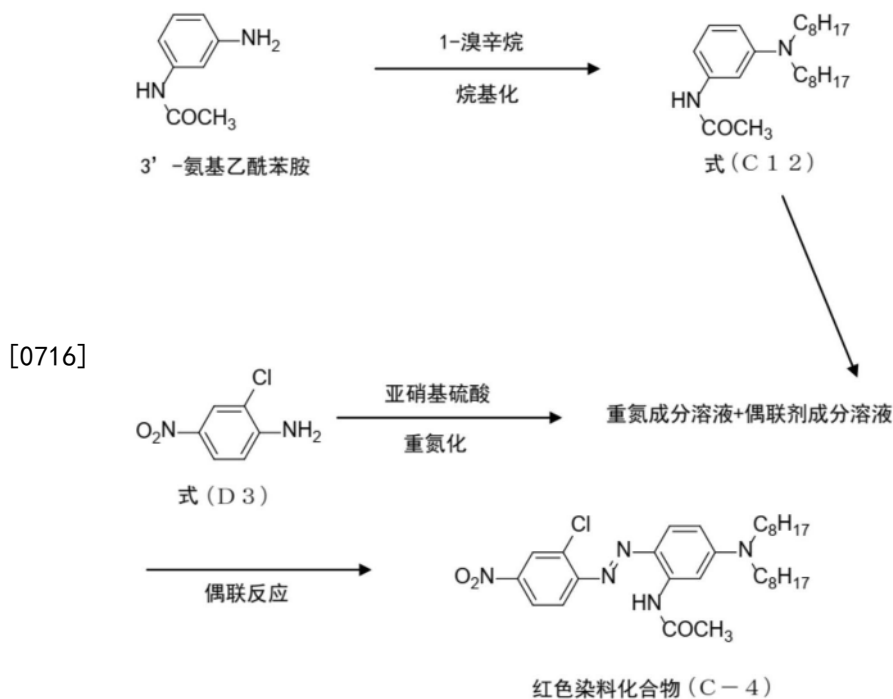


[0712] (合成例20)

[0713] [红色染料化合物 (C-4) 的合成]

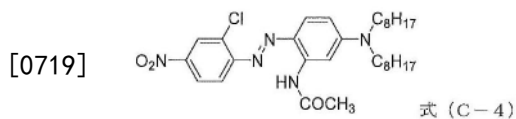
[0714] 红色染料化合物 (C-4) 按照下述方案来制造。

[0715] [化学式104]



[0717] 作为偶联剂成分溶液,使用式 (C12) 的化合物来代替式 (C9) 的化合物,除此以外,与合成例17的工序1及2同样地操作,得到下述式 (C-4) 所示的红色染料化合物(23.4g、收率83.9%)。上述红色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 558 (M^+)) 来确认其结构。

[0718] [化学式105]

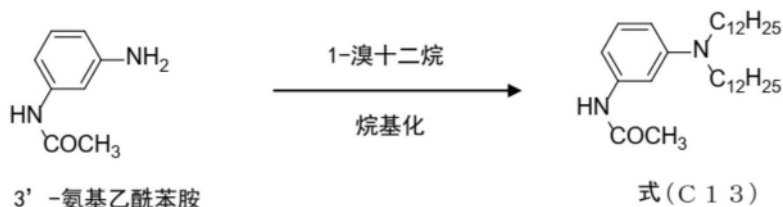


[0720] (合成例21)

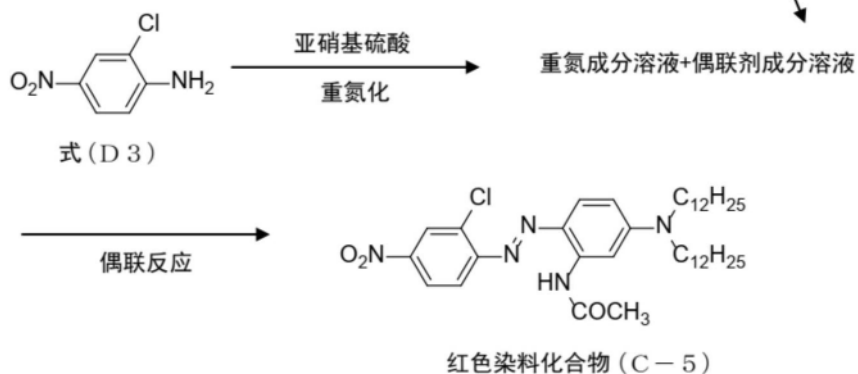
[0721] [红色染料化合物 (C-5) 的合成]

[0722] 红色染料化合物 (C-5) 按照下述方案来制造。

[0723] [化学式106]

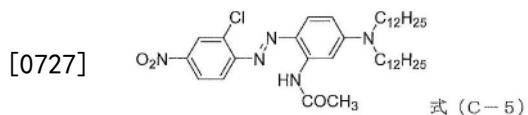


[0724]



[0725] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C13)的化合物来代替式(C9)的化合物,除此以外,与合成例17的工序1及2同样地操作,得到下述式(C-5)所示的红色染料化合物(25.3g、收率75.5%)。上述红色染料化合物通过LCMS分析(m/z 670(M^+))来确认其结构。

[0726] [化学式107]

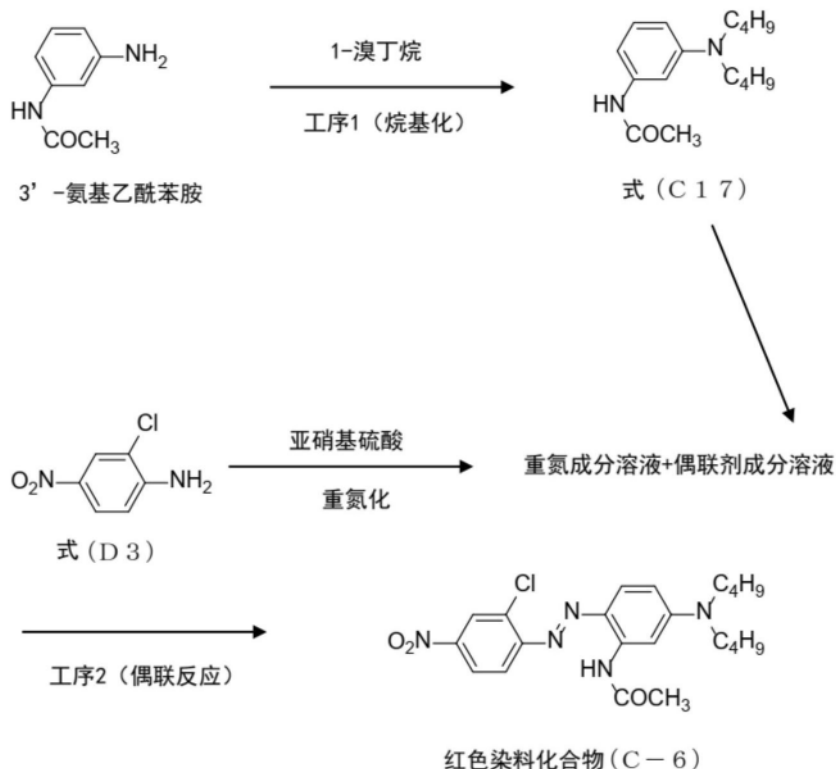


[0728] (合成例22)

[0729] [红色染料化合物(C-6)的合成]

[0730] 红色染料化合物(C-6)按照下述方案来制造。

[0731] [化学式108]

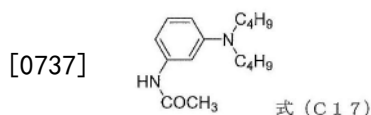


[0733] 22-A. 偶联剂化合物C17的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0734] (工序1)

[0735] 在合成例9的工序3中,使用3'-氨基乙酰苯胺(7.50g)来代替N-(3-氨基苯基)辛烷酰胺,使用1-溴丁烷(27.4g)来代替1-溴辛烷,除此以外,与合成例9的工序3同样地操作,得到下述式(C17)所示的N-[3-(N,N-二丁基氨基)苯基]乙酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C17)的化合物的偶联剂成分溶液。

[0736] [化学式109]

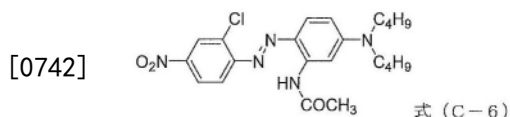


[0738] 22-B. 利用偶联反应的红色染料化合物(C-6)的合成

[0739] (工序2)

[0740] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C17)的化合物来代替式(C9)的化合物,除此以外,与合成例17的工序1及2同样地操作,得到下述式(C-6)所示的红色染料化合物(19.6g、收率87.9%)。上述红色染料化合物通过LCMS分析(m/z 446(M^+))来确认其结构。

[0741] [化学式110]

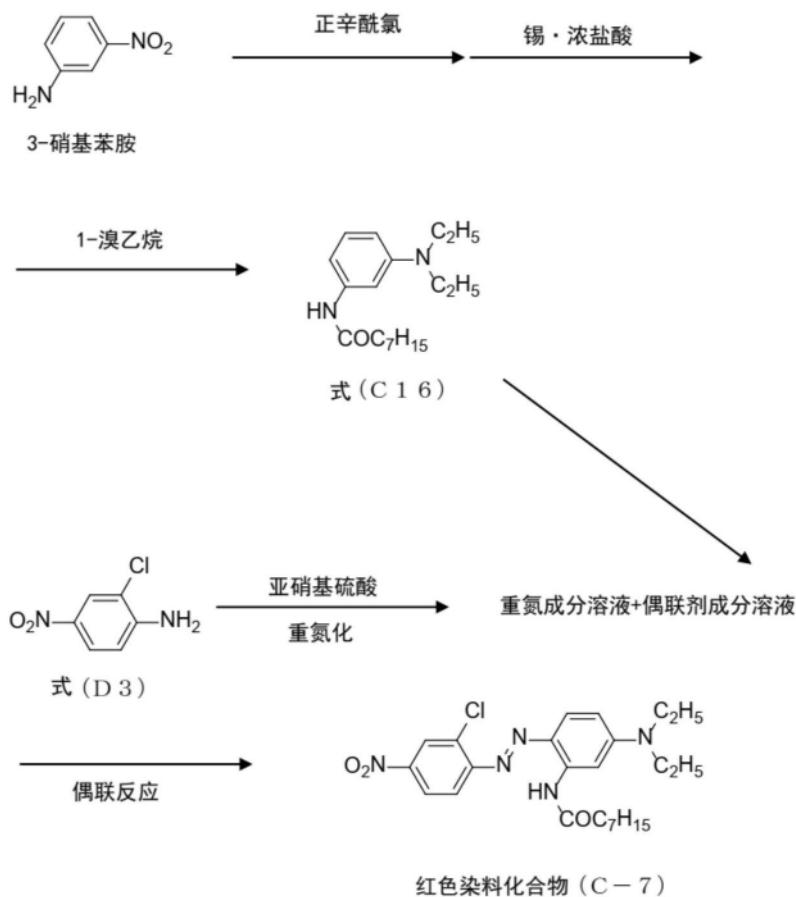


[0743] (合成例23)

[0744] [红色染料化合物(C-7)的合成]

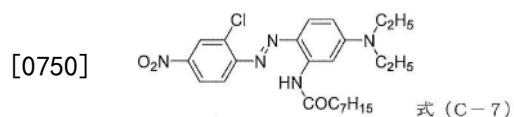
[0745] 红色染料化合物(C-7)按照下述方案来制造。

[0746] [化学式111]



[0748] 作为偶联剂成分溶液,使用式 (C16) 的化合物来代替式 (C9) 的化合物,除此以外,与合成例17的工序1及2同样地操作,得到下述式 (C-7) 所示的红色染料化合物(16.6g、收率70.0%)。上述红色染料化合物通过LCMS分析(m/z 474(M^+))来确认其结构。

[0749] [化学式112]

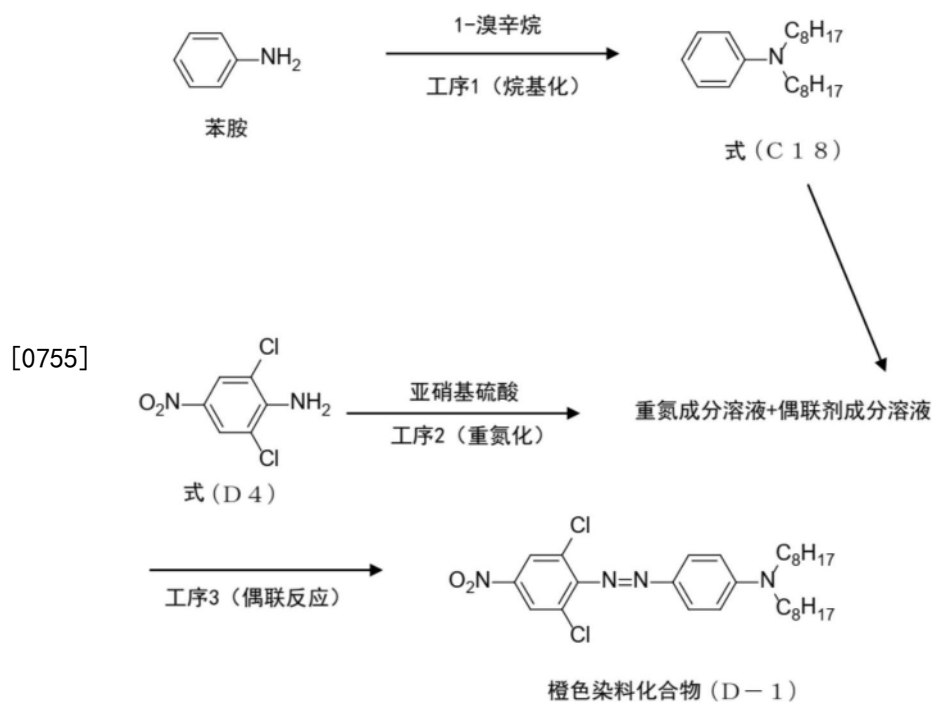


[0751] (合成例24)

[0752] [橙色染料化合物 (D-1) 的合成]

[0753] 橙色染料化合物 (D-1) 按照下述方案来制造。

[0754] [化学式113]

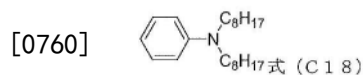


[0756] 24-A. 偶联剂化合物C18的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0757] (工序1)

[0758] 使用苯胺 (4.66g) 来代替N-(3-氨基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺,除此以外,与合成例1的工序4同样地操作,得到下述式 (C18) 所示的N,N'-二辛基苯胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g),并冷却至5℃,从而得到包含式 (C18) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[0759] [化学式114]

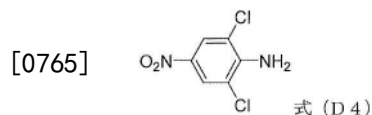


[0761] 24-B. 重氮成分溶液的制备

[0762] (工序2)

[0763] 在浓硫酸 (17g) 与43%亚硝基硫酸 (14.7g) 的混合物中,在25至30℃的范围内添加下述式 (D4) 所示的2,6-二氯-4-硝基苯胺 (10.4g),在相同温度下搅拌2小时,从而得到重氮成分溶液。

[0764] [化学式115]



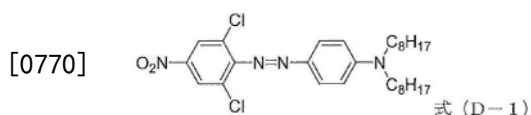
[0766] 24-C. 利用偶联反应的橙色染料化合物 (D-1) 的合成

[0767] (工序3)

[0768] 在0至10℃的范围内,将工序2中得到的上述重氮成分溶液用2小时滴加到包含工序1中得到的式 (C18) 的化合物的上述偶联剂成分溶液中,同时向该偶联剂成分溶液中适当添加三乙胺 (20g),进行了偶联反应。在0至10℃的范围内搅拌20分钟之后,从该反应混合物中滤出产物,用甲醇、接着用水进行洗涤,在60℃下干燥至水分成为1.0质量%以下为止,从而得到下述式 (D-1) 所示的橙色染料化合物 (23.1g、收率86.4%)。上述橙色染料化合物通

过LCMS分析(m/z 535(M^+))来确认其结构。

[0769] [化学式116]

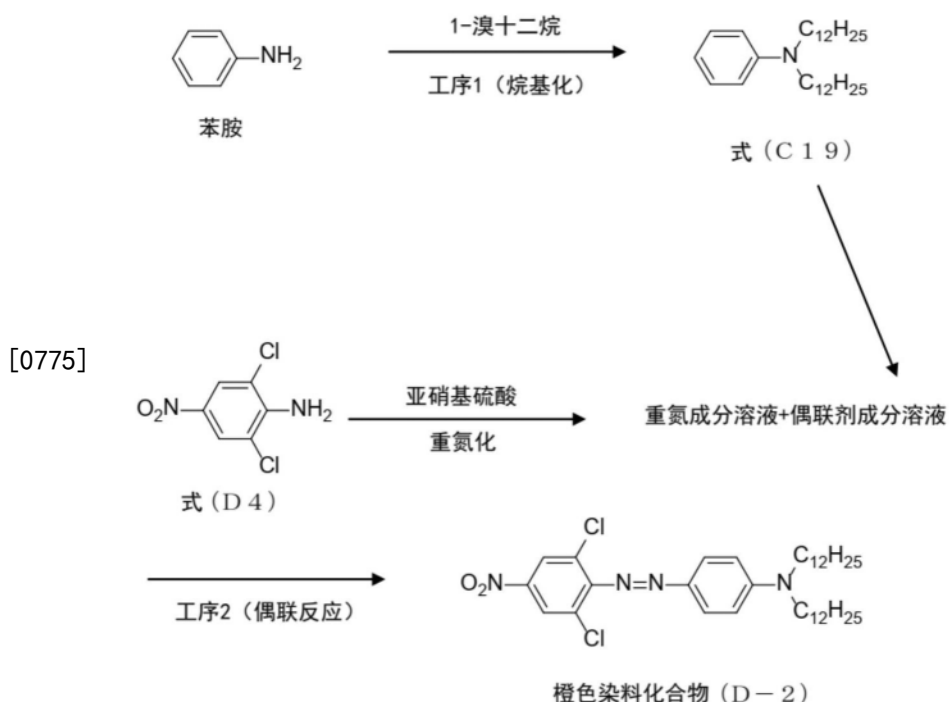


[0771] (合成例25)

[0772] [橙色染料化合物(D-2)的合成]

[0773] 橙色染料化合物(D-2)按照下述方案来制造。

[0774] [化学式117]

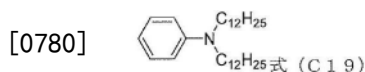


[0776] 25-A. 偶联剂化合物C19的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0777] (工序1)

[0778] 使用苯胺(4.66g)来代替N-(3-氨基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺,使用1-溴十二烷(49.8g)来代替1-溴辛烷,除此以外,与合成例1的工序4同样地操作,得到下述式(C19)所示的N,N-双十二烷基苯胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C19)的化合物的偶联剂成分溶液。

[0779] [化学式118]

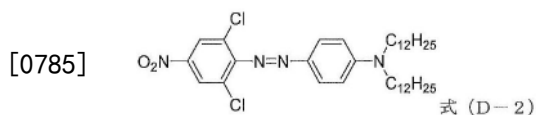


[0781] 25-B. 利用偶联反应的橙色染料化合物(D-2)的合成

[0782] (工序2)

[0783] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C19)的化合物来代替式(C18)的化合物,除此以外,与合成例24的工序2及3同样地操作,从而得到下述式(D-2)所示的橙色染料化合物(14.1g、收率43.6%)。上述橙色染料化合物通过LCMS分析(m/z 647(M^+))来确认其结构。

[0784] [化学式119]

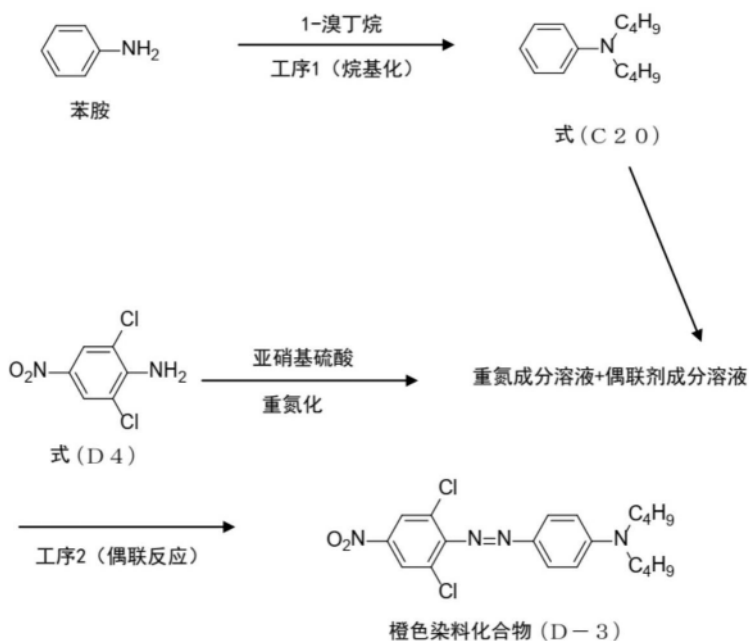


[0786] (合成例26)

[0787] [橙色染料化合物 (D-3) 的合成]

[0788] 橙色染料化合物 (D-3) 按照下述方案来制造。

[0789] [化学式120]

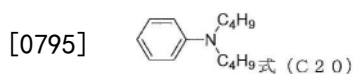


[0791] 26-A. 偶联剂化合物C20的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0792] (工序1)

[0793] 使用苯胺 (4.66g) 来代替N- (3-氨基-4-甲氧基苯基) 辛烷酰胺,使用1-溴丁烷 (27.4g) 来代替1-溴辛烷,除此以外,与合成例1的工序4同样地操作,得到下述式 (C20) 所示的N,N-二丁基苯胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g),并冷却至5℃,从而得到包含式 (C20) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[0794] [化学式121]

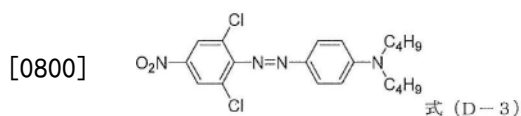


[0796] 26-B. 利用偶联反应的橙色染料化合物 (D-3) 的合成

[0797] (工序2)

[0798] 作为偶联剂成分溶液,使用式 (C20) 的化合物来代替式 (C18) 的化合物,除此以外,与合成例24的工序2及3同样地操作,得到下述式 (D-3) 所示的橙色染料化合物 (10.2g、收率 48.2%)。上述橙色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 423 (M^+)) 来确认其结构。

[0799] [化学式122]

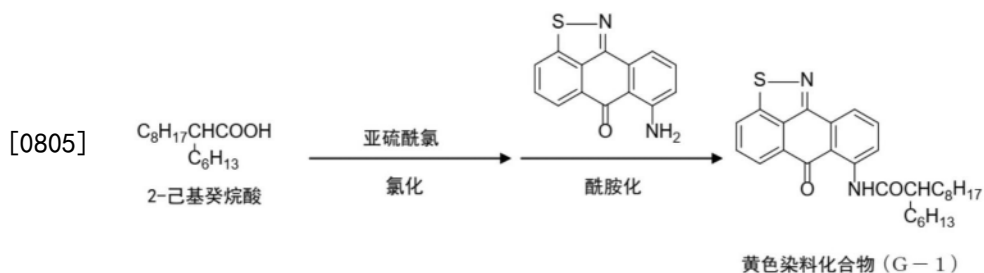


[0801] (合成例27)

[0802] [黄色染料化合物(G-1)的合成]

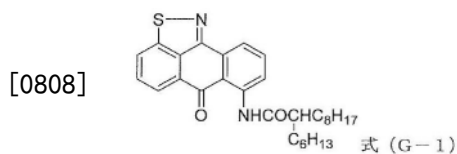
[0803] 黄色染料化合物(G-1)按照下述方案来制造。

[0804] [化学式123]



[0806] 在2-己基癸烷酸(30.8g)与甲苯(30g)的混合物中滴加亚硫酸酐(14.3g)与甲苯(20g)的混合物。在该混合物中用1小时缓慢地滴加吡啶(9.49g)与甲苯(30g)的混合物之后,升温至110℃,搅拌1小时。冷却至室温后,滴加5-氨基-噻[9,1-cd]异噻唑-6-酮(25.2g)与甲苯(30g)的混合物。升温至110℃并搅拌2小时后,将溶剂减压蒸馏除去,通过添加甲醇(100g)而使沉淀析出。将该混合物滤出,用甲醇、接着用水进行洗涤,在60℃下干燥至水分成为1.0质量%以下为止,从而得到下述式(G-1)所示的黄色染料化合物(36.7g、收率74.7%)。上述黄色染料化合物通过LCMS分析(m/z 491(M^+))来确认其结构。

[0807] [化学式124]



[0809] (合成例28)

[0810] [黄色染料化合物(G-2)的合成]

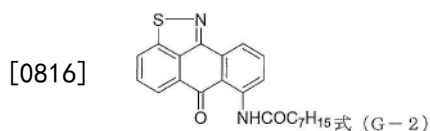
[0811] 黄色染料化合物(G-2)按照下述方案来制造。

[0812] [化学式125]



[0814] 在5-氨基-噻[9,1-cd]异噻唑-6-酮(25.2g)与甲苯(120g)与吡啶(9.49g)的混合物中滴加正辛酰氯(19.5g)之后,升温至110℃,搅拌1小时。通过将该混合物冷却至室温后,添加甲醇(150g)而使沉淀析出。将该混合物滤出,用甲醇洗涤,进行干燥,从而得到下述式(G-2)所示的黄色染料化合物(31.8g、收率83.9%)。上述黄色染料化合物通过LCMS分析(m/z 379(M^+))来确认其结构。

[0815] [化学式126]

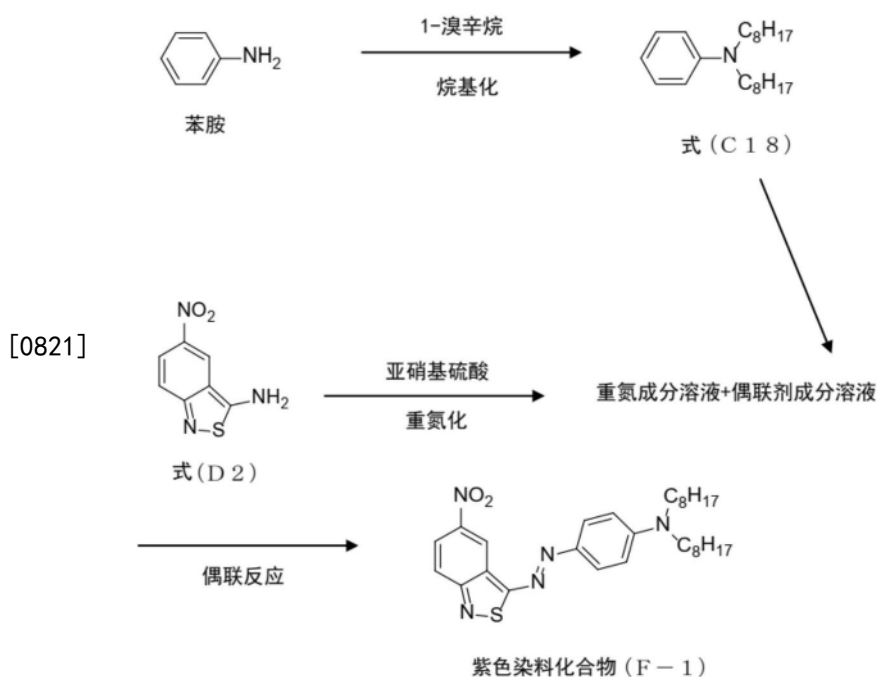


[0817] (合成例29)

[0818] [紫色染料化合物(F-1)的合成]

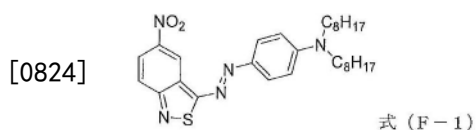
[0819] 紫色染料化合物(F-1)按照下述方案来制造。

[0820] [化学式127]



[0822] 包含式(C18)的化合物的偶联剂成分溶液的制备与合成例24的工序1同样地进行,由式(D2)的化合物衍生的重氮成分溶液的制备与合成例9的工序4同样地进行。在0至10℃的范围内,将上述重氮成分溶液用2小时滴加到上述偶联剂成分溶液中,同时向该偶联剂成分溶液中适当添加三乙胺(35g),进行了偶联反应。在0至10℃的范围内搅拌20分钟之后,从该反应混合物中滤出产物,用甲醇、接着用水进行洗涤,在60℃下干燥至水分成为1.0质量%以下为止,从而得到下述式(F-1)所示的紫色染料化合物(13.0g、收率49.6%)。上述紫色染料化合物通过LCMS分析(m/z 524(M^+))来确认其结构。

[0823] [化学式128]

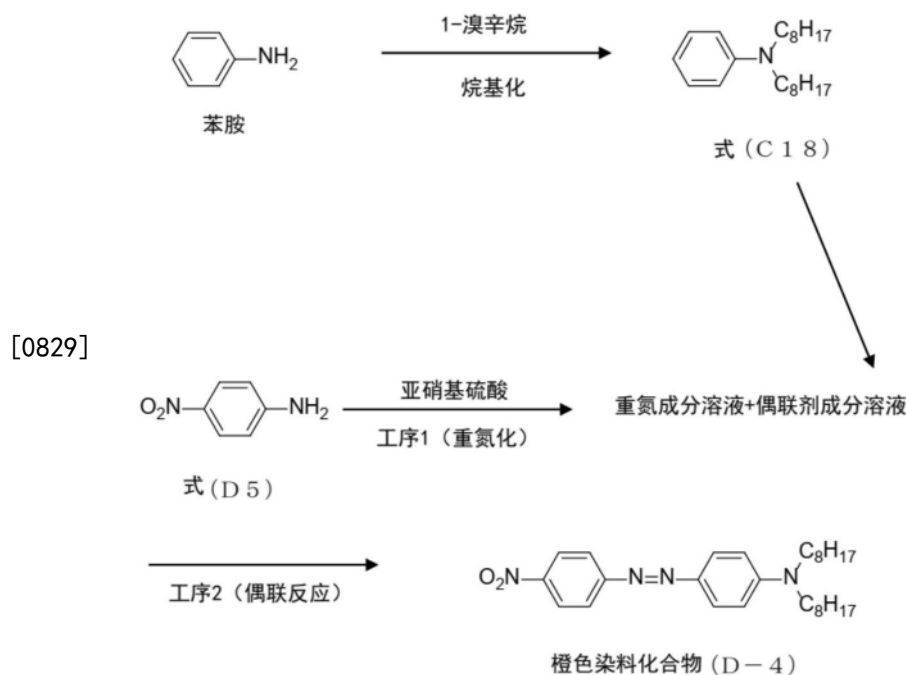


[0825] (合成例30)

[0826] [橙色染料化合物(D-4)的合成]

[0827] 橙色染料化合物(D-4)按照下述方案来制造。

[0828] [化学式129]

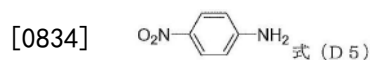


[0830] 30-A. 重氮成分溶液的制备

[0831] (工序1)

[0832] 在浓硫酸(17g)与43%亚硝基硫酸(14.7g)的混合物中,在30至35℃的范围内添加下述式(D5)所示的4-硝基苯胺(6.91g),在相同温度下搅拌2小时,从而得到重氮成分溶液。

[0833] [化学式130]

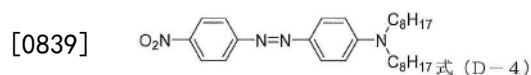


[0835] 30-B. 利用偶联反应的橙色染料化合物(D-4)的合成

[0836] (工序2)

[0837] 包含式(C18)的化合物的偶联剂成分溶液的制备与合成例24的工序1同样地操作来进行。在0至10℃的范围内,将工序1中得到的上述重氮成分溶液用1小时滴加到上述偶联剂成分溶液中,同时向该偶联剂成分溶液中适当添加三乙胺(20g),进行了偶联反应。在0至10℃的范围内搅拌20分钟之后,从该反应混合物中滤出产物,用甲醇、接着用水进行洗涤,在60℃下干燥至水分成为1.0质量%以下为止,从而得到下述式(D-4)所示的橙色染料化合物(12.5g、收率53.5%)。上述橙色染料化合物通过LCMS分析(m/z 467(M^+))来确认其结构。

[0838] [化学式131]

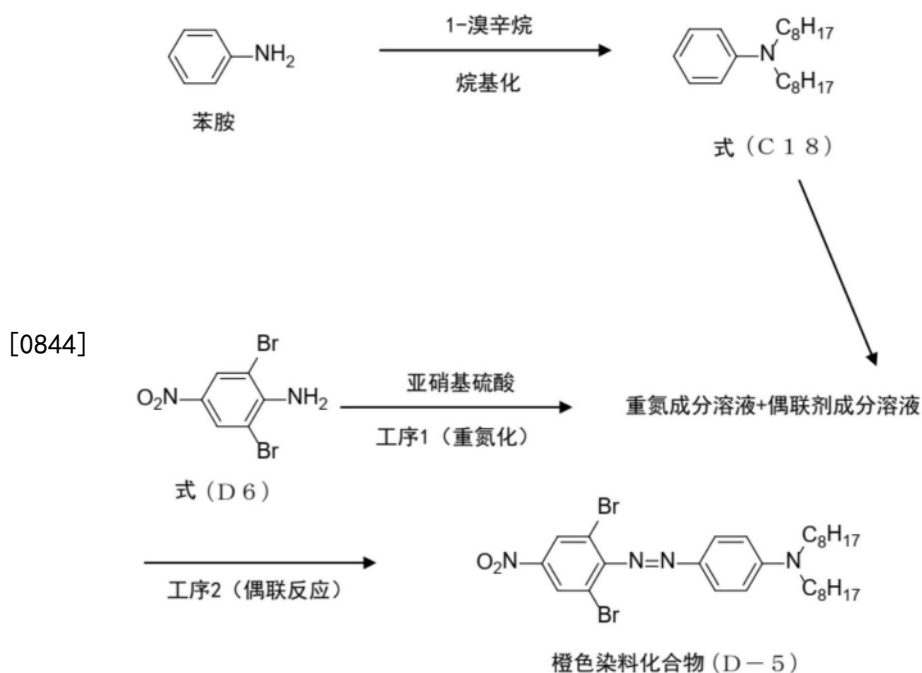


[0840] (合成例31)

[0841] [橙色染料化合物(D-5)的合成]

[0842] 橙色染料化合物(D-5)按照下述方案来制造。

[0843] [化学式132]

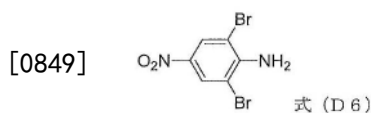


[0845] 31-A. 重氮成分溶液的制备

[0846] (工序1)

[0847] 在浓硫酸 (17g) 与 43% 亚硝基硫酸 (14.7g) 的混合物中, 在 25 至 30℃ 的范围内添加下述式 (D6) 所示的 2,6-二溴-4-硝基苯胺 (14.8g), 在相同温度下搅拌 2 小时, 从而得到重氮成分溶液。

[0848] [化学式133]

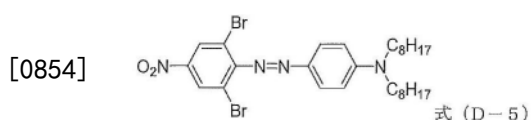


[0850] 31-B. 利用偶联反应的橙色染料化合物 (D-5) 的合成

[0851] (工序2)

[0852] 包含式 (C18) 的化合物的偶联剂成分溶液的制备与合成例 24 的工序 1 同样地操作来进行。在 0 至 10℃ 的范围内, 将工序 1 中得到的上述重氮成分溶液用 1 小时滴加到上述偶联剂成分溶液中, 同时向该偶联剂成分溶液中适当添加三乙胺 (25g), 进行了偶联反应。在 0 至 10℃ 的范围内搅拌 20 分钟之后, 从该反应混合物中滤出产物, 用甲醇、接着用水进行洗涤, 在 60℃ 下干燥至水分成为 1.0 质量% 以下为止, 从而得到下述式 (D-5) 所示的橙色染料化合物 (27.6g、收率 88.6%)。上述橙色染料化合物通过 LCMS 分析 (m/z 623 (M^+)), 确认其结构为下述式 (D-5)。

[0853] [化学式134]

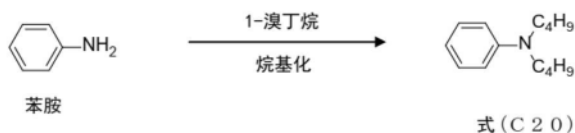


[0855] (合成例32)

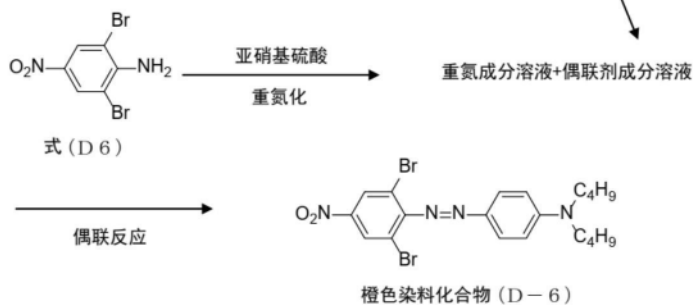
[0856] [橙色染料化合物 (D-6) 的合成]

[0857] 橙色染料化合物 (D-6) 按照下述方案来制造。

[0858] [化学式135]

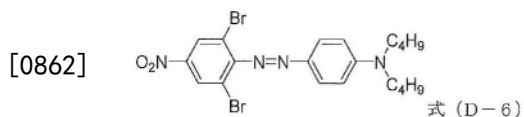


[0859]



[0860] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C20)的化合物来代替式(C18)的化合物,除此以外,与合成例31的工序1及2同样地操作,得到下述式(D-6)所示的橙色染料化合物(22.8g、收率89.2%)。上述橙色染料化合物通过LCMS分析(m/z 511(M^+))来确认其结构。

[0861] [化学式136]

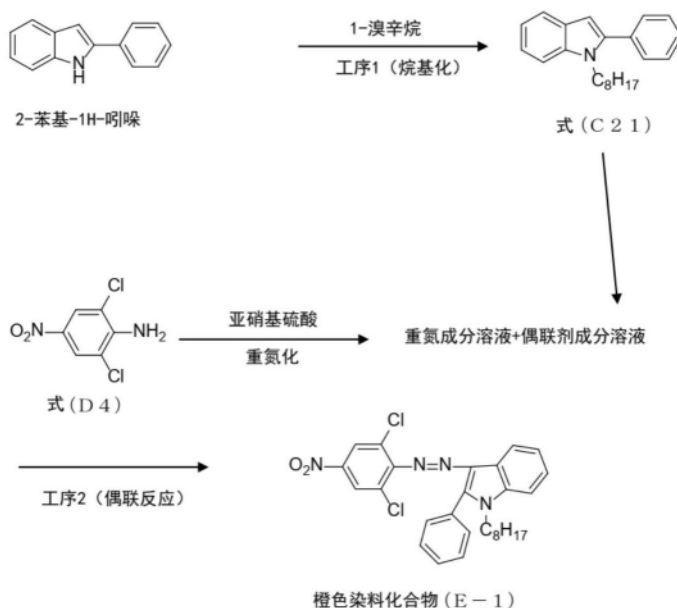


[0863] (合成例33)

[0864] [橙色染料化合物(E-1)的合成]

[0865] 橙色染料化合物(E-1)按照下述方案来制造。

[0866] [化学式137]

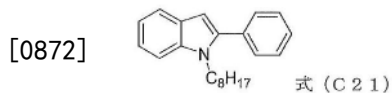


[0868] 33-A. 偶联剂化合物C21的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0869] (工序1)

[0870] 将2-苯基-1H-吡啶 (9.67g) 与三乙胺 (7.5g) 与DMF (15g) 与1-溴辛烷 (11.6g) 的混合物升温至120℃,在相同温度下搅拌3小时,由此得到下述式 (C21) 所示的N-辛基-2-苯基吡啶。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g),并冷却至5℃,从而得到包含式 (C21) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[0871] [化学式138]

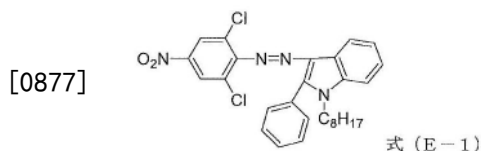


[0873] 33-B. 利用偶联反应的橙色染料化合物 (E-1) 的合成

[0874] (工序2)

[0875] 由式 (D4) 的化合物衍生的重氮成分溶液的制备与合成例24同样地进行。在0至10℃的范围内,将上述重氮成分溶液用1小时滴加到工序1中得到的上述偶联剂成分溶液中,同时向该偶联剂成分溶液中适当添加三乙胺 (20g),进行了偶联反应。在0至10℃的范围内搅拌20分钟之后,从该反应混合物中滤出产物,用甲醇、接着用水进行洗涤,在60℃下干燥至水分成为1.0质量%以下为止,从而得到下述式 (E-1) 所示的橙色染料化合物 (11.3g、收率43.2%)。上述橙色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 523 (M^+)) 来确认其结构。

[0876] [化学式139]

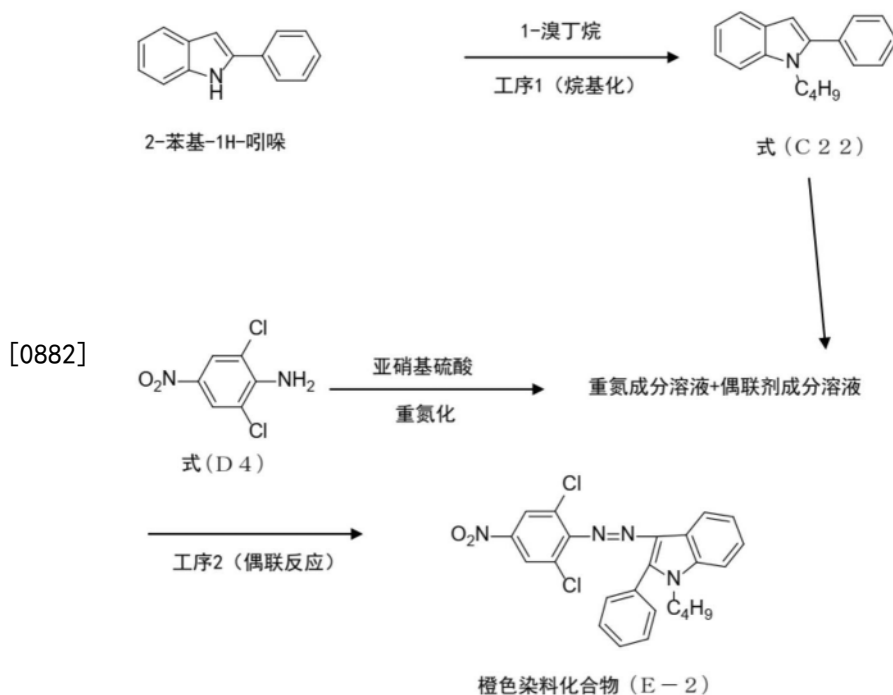


[0878] (合成例34)

[0879] [橙色染料化合物 (E-2) 的合成]

[0880] 橙色染料化合物 (E-2) 按照下述方案来制造。

[0881] [化学式140]

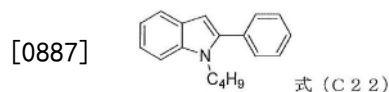


[0883] 34-A. 偶联剂化合物C22的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0884] (工序1)

[0885] 使用1-溴丁烷(7.53g)来代替1-溴辛烷,除此以外,与合成例33的工序1同样地操作,得到下述式(C22)所示的N-丁基-2-苯基吲哚。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C22)的化合物的偶联剂成分溶液。

[0886] [化学式141]

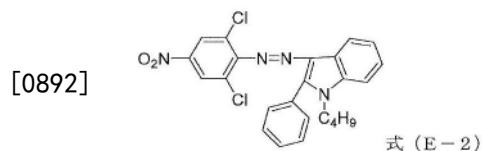


[0888] 34-B. 利用偶联反应的橙色染料化合物(E-2)的合成

[0889] (工序2)

[0890] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C22)的化合物来代替式(C21)的化合物,除此以外,与合成例33的工序1及2同样地操作,得到下述式(E-2)所示的橙色染料化合物(14.5g、收率62.1%)。上述橙色染料化合物通过LCMS分析(m/z 467(M^+))来确认其结构。

[0891] [化学式142]

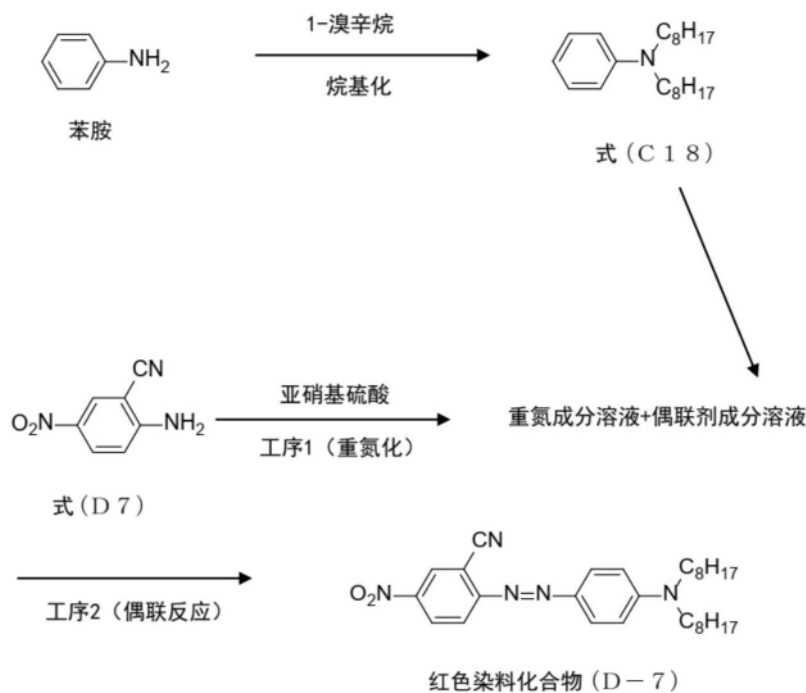


[0893] (合成例35)

[0894] [红色染料化合物(D-7)的合成]

[0895] 红色染料化合物(D-7)按照下述方案来制造。

[0896] [化学式143]

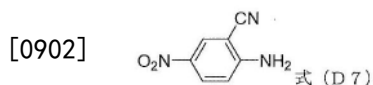


[0898] 35-A. 重氮成分溶液的制备

[0899] (工序1)

[0900] 在浓硫酸 (7.5g) 与乙酸 (15g) 与 43% 亚硝基硫酸 (14.9g) 的混合物中在 20 至 25℃ 的范围内添加下述式 (D7) 所示的 2-氰基-4-硝基苯胺 (8.15g), 在相同温度下搅拌 2 小时, 从而得到重氮成分溶液。

[0901] [化学式 144]

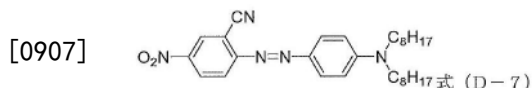


[0903] 35-B. 利用偶联反应的红色染料化合物 (D-7) 的合成

[0904] (工序 2)

[0905] 包含式 (C18) 的化合物的偶联剂成分溶液的制备与合成例 24 同样地进行。在 0 至 10℃ 的范围内, 将工序 1 中得到的上述重氮成分溶液用 1 小时滴加到上述偶联剂成分溶液中, 同时向该偶联剂成分溶液中适当添加三乙胺 (30g), 进行了偶联反应。在 0 至 10℃ 的范围内搅拌 20 分钟之后, 从该反应混合物中滤出产物, 用甲醇、接着用水进行洗涤, 在 60℃ 下干燥至水分成为 1.0 质量% 以下为止, 从而得到下述式 (D-7) 所示的红色染料化合物 (16.9g、收率 68.9%)。上述红色染料化合物通过 LCMS 分析 (m/z 492 (M^+)) 来确认其结构。

[0906] [化学式 145]

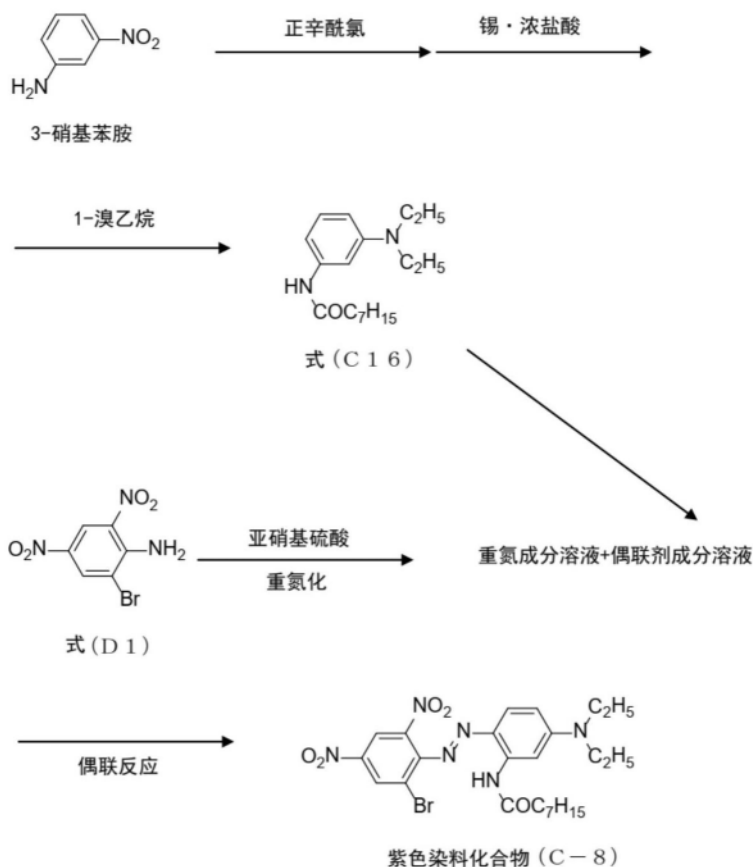


[0908] (合成例 36)

[0909] [紫色染料化合物 (C-8) 的合成]

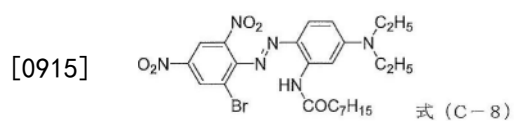
[0910] 紫色染料化合物 (C-8) 按照下述方案来制造。

[0911] [化学式 146]



[0913] 包含式 (C16) 的化合物的偶联剂成分溶液的制备与合成例16的工序1同样地进行, 由式 (D1) 的化合物衍生的重氮成分溶液的制备与合成例1的工序5同样地进行。在0至10℃的范围内, 将上述重氮成分溶液用2小时滴加到上述偶联剂成分溶液中, 同时向该偶联剂成分溶液中适当添加三乙胺 (32g), 进行了偶联反应。在0至10℃的范围内搅拌20分钟之后, 从该反应混合物中滤出产物, 用甲醇、接着用水进行洗涤, 在60℃下干燥至水分成为1.0质量%以下为止, 从而得到下述式 (C-8) 所示的紫色染料化合物 (6.14g、收率21.8%)。上述紫色染料化合物通过LCMS分析分子量 (m/z 563 (M^+)), 确认其结构为下述式 (C-8)。

[0914] [化学式147]

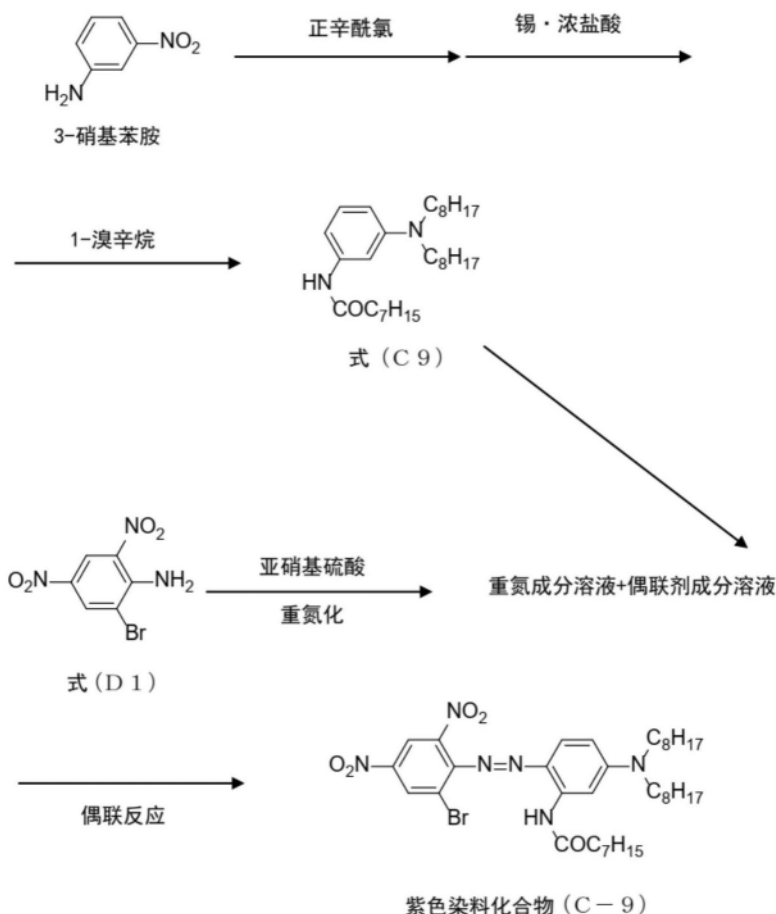


[0916] (合成例37)

[0917] [紫色染料化合物 (C-9) 的合成]

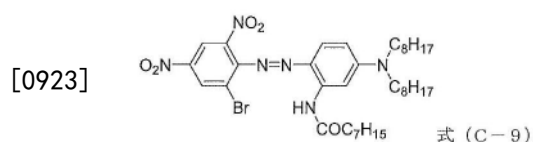
[0918] 紫色染料化合物 (C-9) 按照下述方案来制造。

[0919] [化学式148]



[0921] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C9)的化合物来代替式(C16)的化合物,除此以外,与合成例36同样地操作,得到下述式(C-9)所示的紫色染料化合物(12.1g)。上述紫色染料化合物的结构通过LCMS分析(m/z 731(M^+))来确认。

[0922] [化学式149]

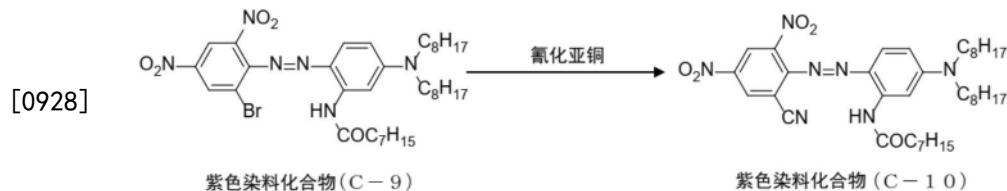


[0924] (合成例38)

[0925] [紫染料化合物(C-10)的合成]

[0926] 紫色染料化合物(C-10)按照下述方案来制造。

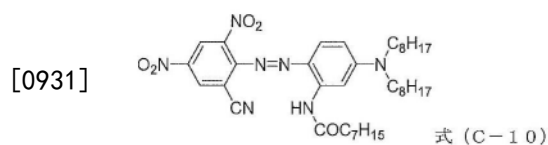
[0927] [化学式150]



[0929] 将溴化钠(5.92g)、三乙胺(0.50g)、DMF(80g)的混合物在35至40℃的范围内搅拌15分钟,添加氰化亚铜(5.0g),在相同温度下搅拌15分钟。在该混合物中添加紫色染料化合物(C-9)(34.3g),升温至110℃并搅拌1小时。冷却至80℃后,添加水(190g)、次氯酸钠(18g)的混合物,在70至80℃下搅拌1小时后,冷却至室温。从该反应混合物中滤出产物,用水进行

洗涤,在60℃下干燥至水分成为1.0质量%以下为止,从而得到下述式(C-10)所示的紫色染料化合物(20.4g、收率64.2%)。上述紫色染料化合物通过LCMS分析(m/z 678(M^+))来确认其结构。

[0930] [化学式151]

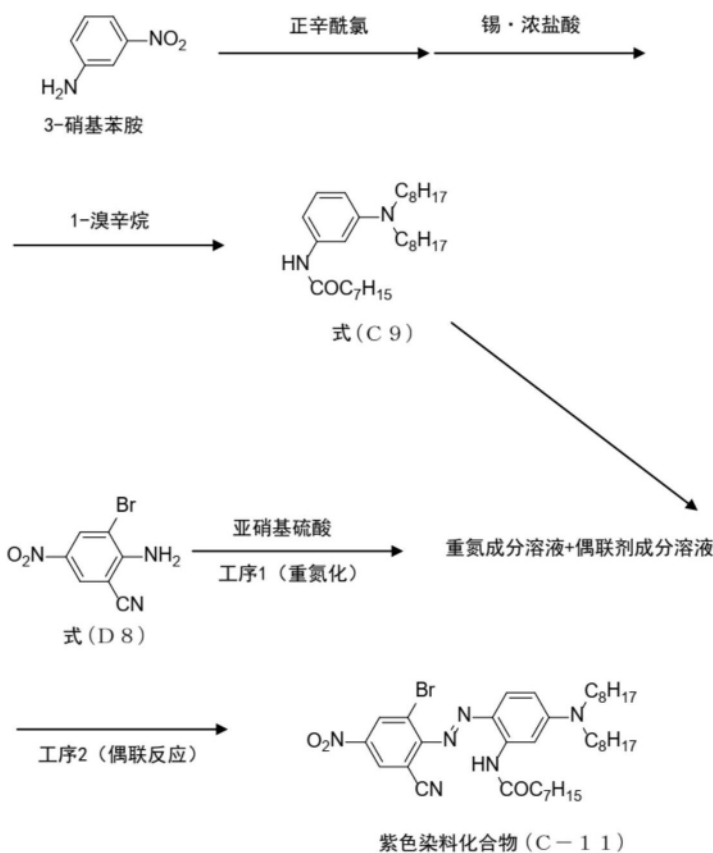


[0932] (合成例39)

[0933] [紫色染料化合物(C-11)的合成]

[0934] 紫色染料化合物(C-11)按照下述方案来制造。

[0935] [化学式152]

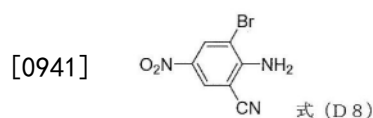


[0937] 39-A. 重氮成分溶液的制备

[0938] (工序1)

[0939] 在浓硫酸(10.7g)与乙酸(28.8g)的混合物中在20至25℃的范围内添加下述式(D8)所示的2-溴-6-氰基-4-硝基苯胺(11.1g)。通过在该混合物中在20至25℃的范围内添加43%亚硝基硫酸(15.6g),在相同温度下搅拌2小时,从而得到重氮成分溶液。

[0940] [化学式153]

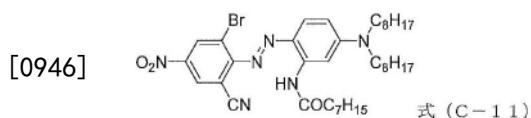


[0942] 39-B. 利用偶联反应的紫色染料化合物(C-11)的合成

[0943] (工序2)

[0944] 包含式 (C9) 的化合物的偶联剂成分溶液的制备与合成例9的工序1至3同样进行。在0至10℃的范围内,将工序1中得到的上述重氮成分溶液用2小时滴加到上述偶联剂成分溶液中,同时向该偶联剂成分溶液中适当添加三乙胺 (20g),进行了偶联反应。在0至10℃的范围内搅拌20分钟之后,从该反应混合物中滤出产物,用甲醇、接着用水进行洗涤,在60℃下干燥至水分成为1.0质量%以下为止,从而得到下述式 (C-11) 所示的紫色染料化合物 (16.0g、收率45.0%)。上述紫色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 711 (M^+)) 来确认其结构。

[0945] [化学式154]

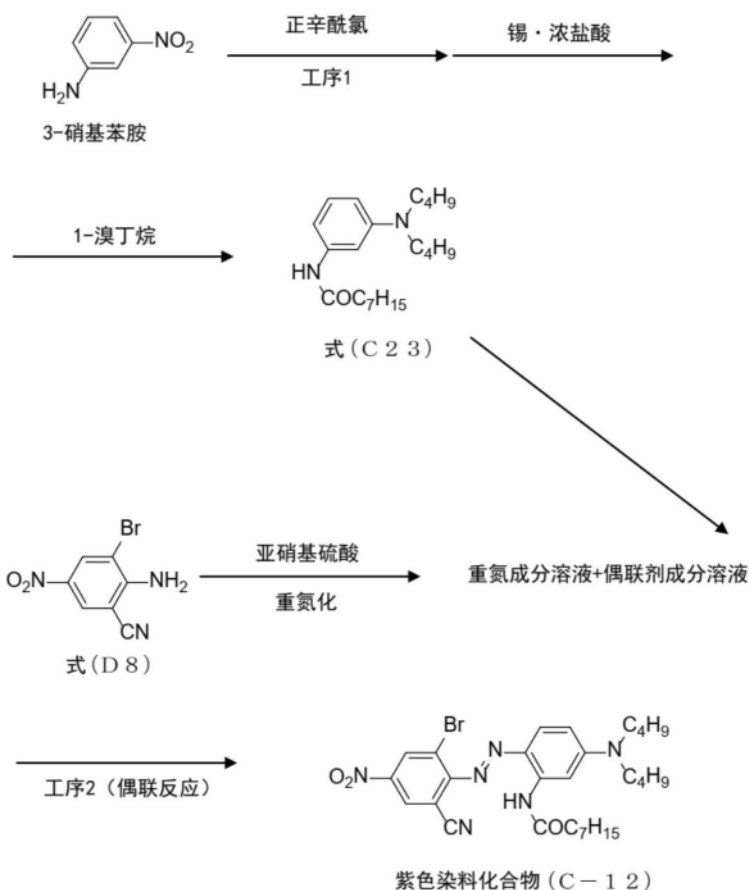


[0947] (合成例40)

[0948] [紫色染料化合物 (C-12) 的合成]

[0949] 紫色染料化合物 (C-12) 按照下述方案来制造。

[0950] [化学式155]



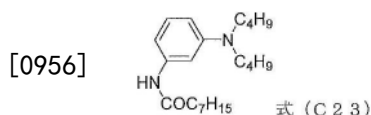
[0952] 40-A. 偶联剂化合物C23的合成及偶联剂成分溶液的制备

[0953] (工序1)

[0954] 在合成例9的工序3中,使用1-溴丁烷 (27.4g) 来代替1-溴辛烷,除此以外,与合成例9的工序1至3同样地操作,得到下述式 (C23) 所示的N-[3-(N,N-二丁基氨基)苯基]辛烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g),并冷却至5℃,从而得到包含式 (C23) 的化合物

的偶联剂成分溶液。

[0955] [化学式156]

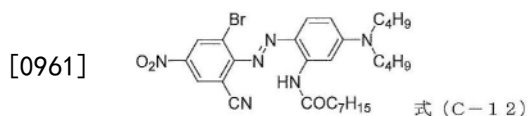


[0957] 40-B. 利用偶联反应的紫色染料化合物 (C-12) 的合成

[0958] (工序2)

[0959] 作为偶联剂成分溶液,使用式 (C23) 的化合物来代替式 (C9) 的化合物,除此以外,与合成例39的工序2同样地操作,得到下述式 (C-12) 所示的紫色染料化合物 (5.99g、收率 20.0%)。上述紫色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 599 (M^+)) 来确认其结构。

[0960] [化学式157]

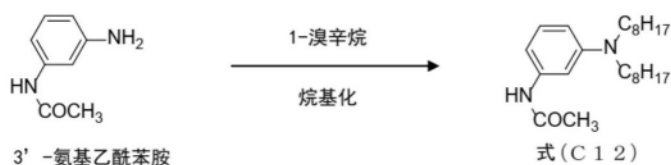


[0962] (合成例41)

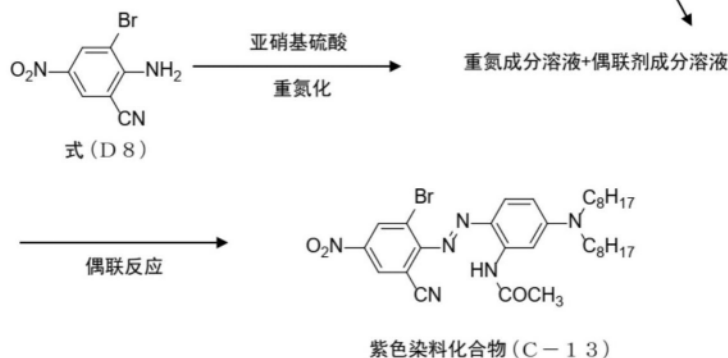
[0963] [紫色染料化合物 (C-13) 的合成]

[0964] 紫色染料化合物 (C-13) 按照下述方案来制造。

[0965] [化学式158]

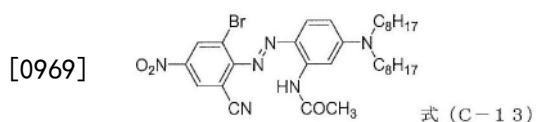


[0966]



[0967] 作为偶联剂成分溶液,使用式 (C12) 的化合物来代替式 (C9) 的化合物,除此以外,与合成例39的工序2同样地操作,得到下述式 (C-13) 所示的紫色染料化合物 (23.5g、收率 75.0%)。上述紫色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 627 (M^+)) 来确认其结构。

[0968] [化学式159]

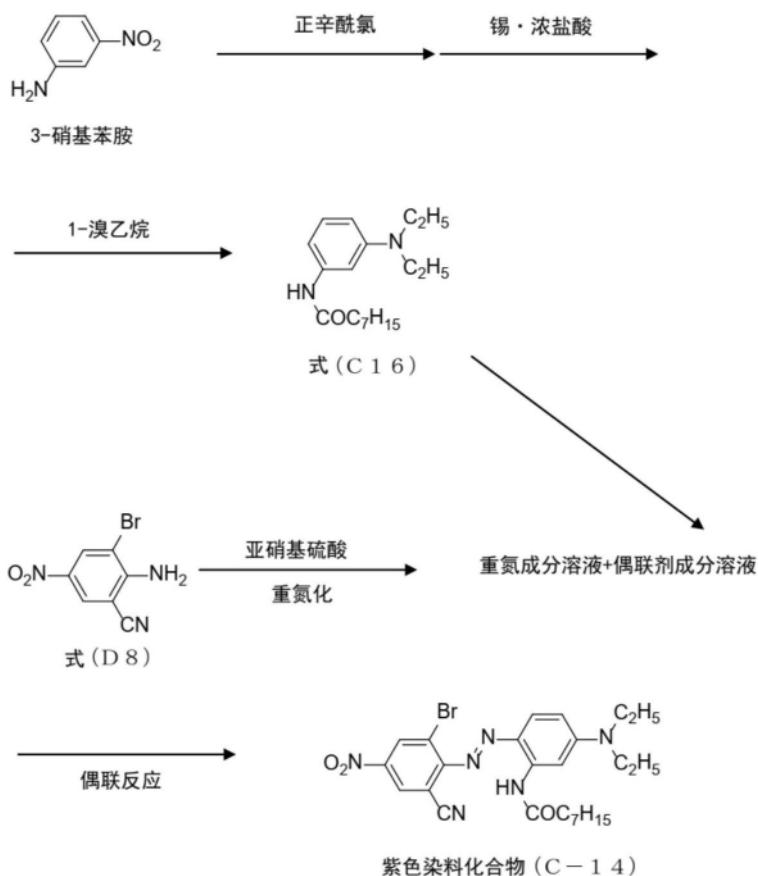


[0970] (合成例42)

[0971] [紫色染料化合物(C-14)的合成]

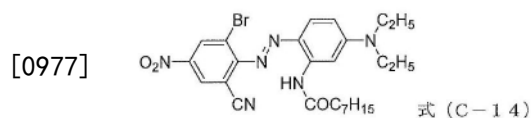
[0972] 紫色染料化合物(C-14)按照下述方案来制造。

[0973] [化学式160]



[0975] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C16)的化合物来代替式(C9)的化合物,除此以外,与合成例39的工序2同样地操作,得到下述式(C-14)所示的紫色染料化合物(10.8g、收率39.8%)。上述紫色染料化合物通过LCMS分析(m/z 543(M^+))来确认其结构。

[0976] [化学式161]

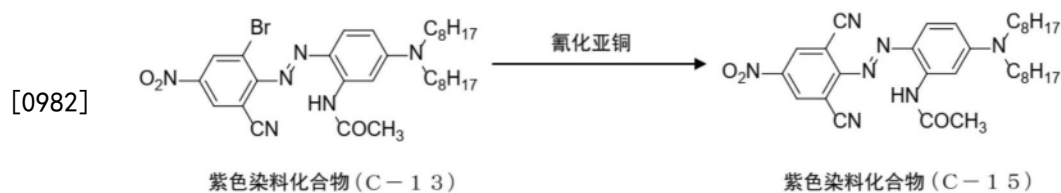


[0978] (合成例43)

[0979] [紫色染料化合物(C-15)的合成]

[0980] 紫色染料化合物(C-15)按照下述方案来制造。

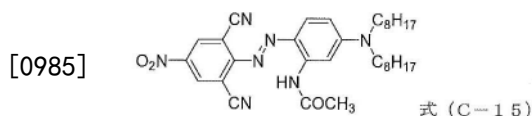
[0981] [化学式162]



[0983] 在合成例38中,使用式(C-13)的紫色染料化合物(31.4g)来代替式(C-9)的紫色染

料化合物,除此以外,与合成例38同样地操作,得到下述式(C-15)所示的紫色染料化合物(26.9g、收率93.7%)。上述紫色染料化合物通过LCMS分析(m/z 574(M^+))来确认其结构。

[0984] [化学式163]

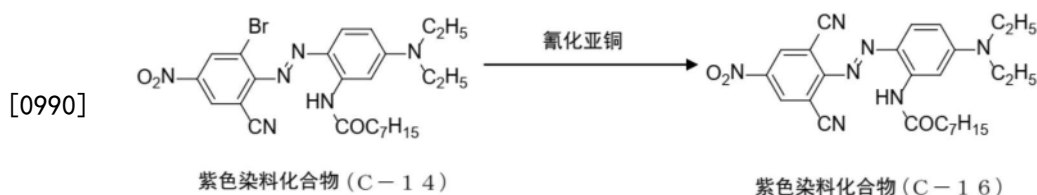


[0986] (合成例44)

[0987] [紫色染料化合物(C-16)的合成]

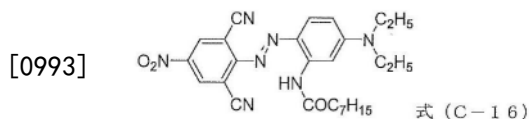
[0988] 紫色染料化合物(C-16)按照下述方案来制造。

[0989] [化学式164]



[0991] 在合成例38中,使用式(C-14)的紫色染料化合物(27.2g)来代替式(C-9)的紫色染料化合物,除此以外,与合成例38同样地操作,得到下述式(C-16)所示的紫色染料化合物(22.0g、收率89.8%)。上述紫色染料化合物通过LCMS分析(m/z 490(M^+))来确认其结构。

[0992] [化学式165]

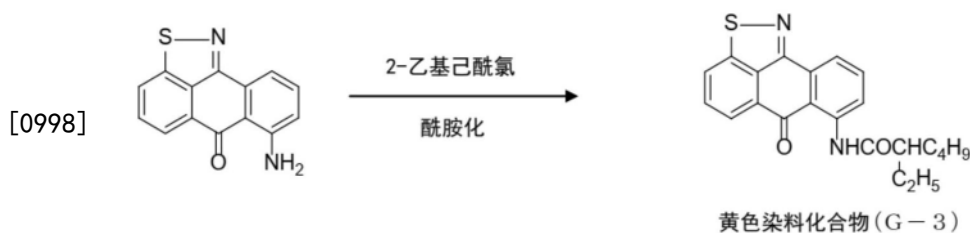


[0994] (合成例45)

[0995] [黄色染料化合物(G-3)的合成]

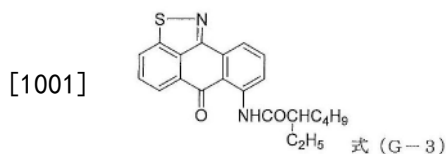
[0996] 黄色染料化合物(G-3)按照下述方案来制造。

[0997] [化学式166]



[0999] 在合成例28中,使用2-乙基己酰氯(19.5g)来代替正辛酰氯,除此以外,与合成例28同样地操作,得到下述式(G-3)所示的黄色染料化合物(33.1g、收率87.3%)。上述黄色染料化合物通过LCMS分析(m/z 379(M^+))来确认其结构。

[1000] [化学式167]



[1002] (合成例46)

[1003] [黄色染料化合物 (G-4) 的合成]

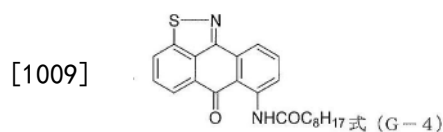
[1004] 黄色染料化合物 (G-4) 按照下述方案来制造。

[1005] [化学式168]



[1007] 在合成例28中,使用壬酰氯 (21.2g) 来代替正辛酰氯,除此以外,与合成例28同样地操作,得到下述式 (G-4) 所示的黄色染料化合物 (31.0g、收率78.9%)。上述黄色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 393 (M^+)) 来确认其结构。

[1008] [化学式169]

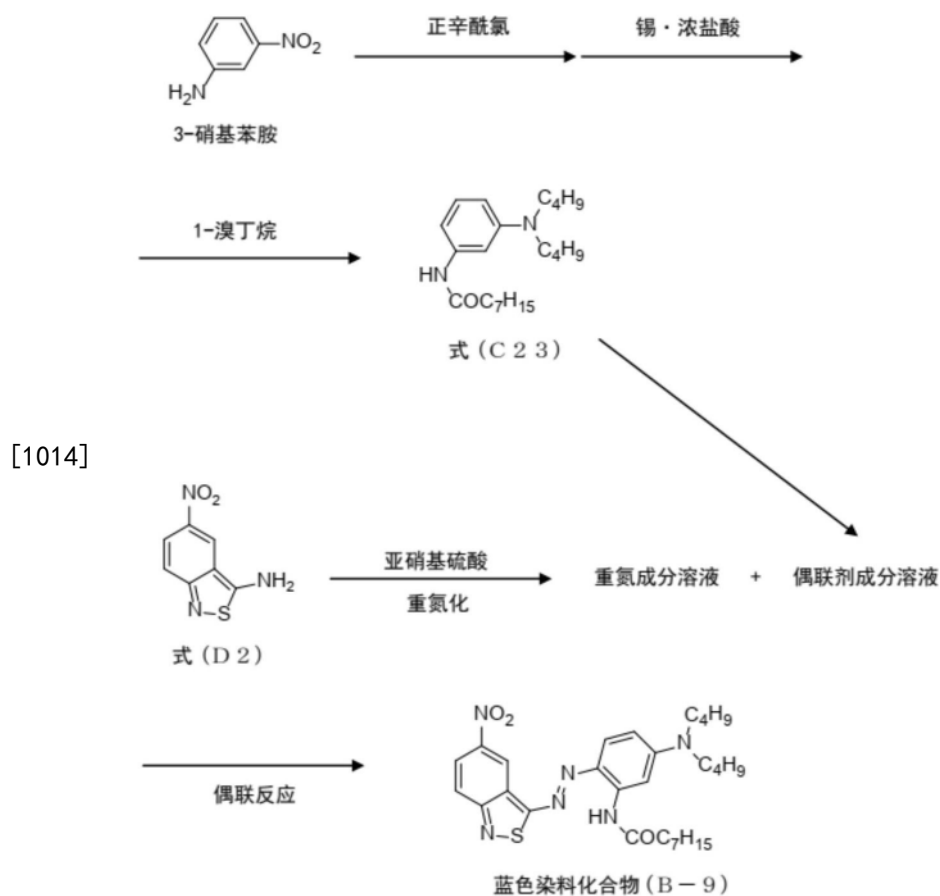


[1010] (合成例47)

[1011] [蓝色染料化合物 (B-9) 的合成]

[1012] 蓝色染料化合物 (B-9) 按照下述方案来制造。

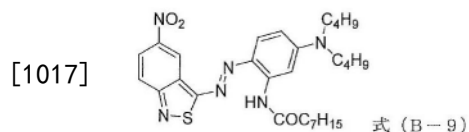
[1013] [化学式170]



[1015] 作为偶联剂成分溶液,使用式 (C23) 的化合物来代替式 (C9) 的化合物,除此以外,

与合成例9的工序5同样地操作,得到下述式(B-9)所示的蓝色染料化合物(9.12g、收率33.0%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析(m/z 553(M^+))来确认其结构。

[1016] [化学式171]

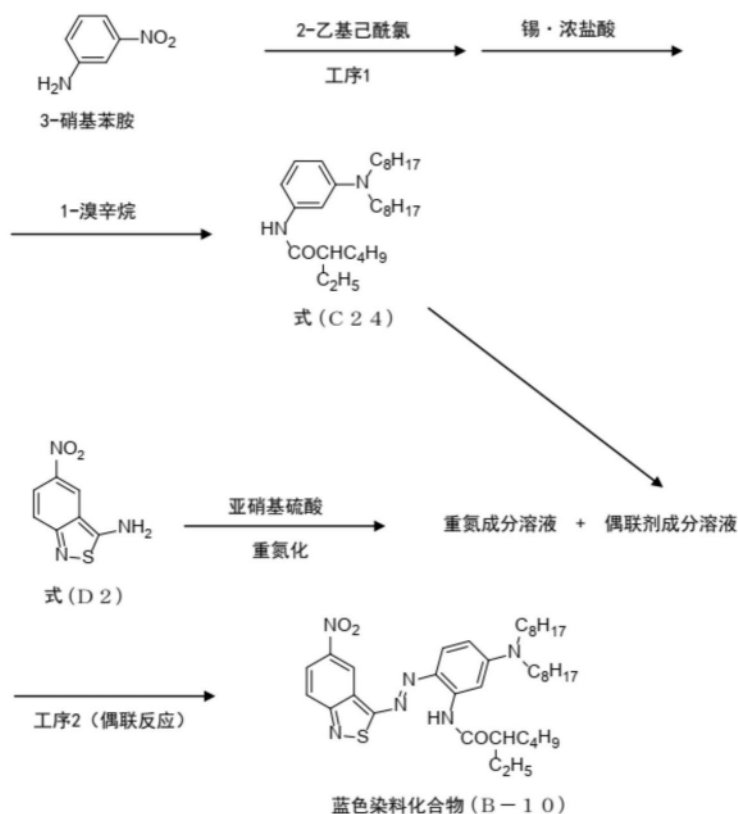


[1018] (合成例48)

[1019] [蓝色染料化合物(B-10)的合成]

[1020] 蓝色染料化合物(B-10)按照下述方案来制造。

[1021] [化学式172]

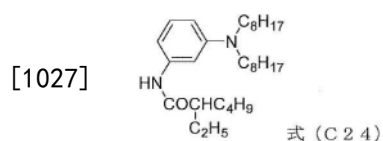


[1023] 48-A. 偶联剂化合物C24的合成及偶联剂成分溶液的制备

[1024] (工序1)

[1025] 在合成例9的工序1中,使用2-乙基己酰氯(34.2g)来代替正辛酰氯,除此以外,与合成例9的工序1至3同样地操作,得到下述式(C24)所示的N-[3-(N,N-二辛基氨基)苯基]-2-乙基己烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C24)的化合物的偶联剂成分溶液。

[1026] [化学式173]

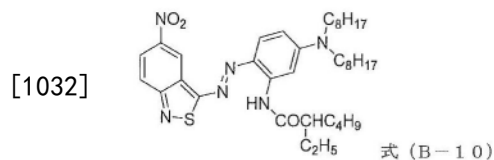


[1028] 48-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物(B-10)的合成

[1029] (工序2)

[1030] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C24)的化合物来代替式(C9)的化合物,除此以外,与合成例9的工序4及5同样地操作,得到下述式(B-10)所示的蓝色染料化合物(19.0g、收率57.1%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析(m/z 665(M^+))来确认其结构。

[1031] [化学式174]

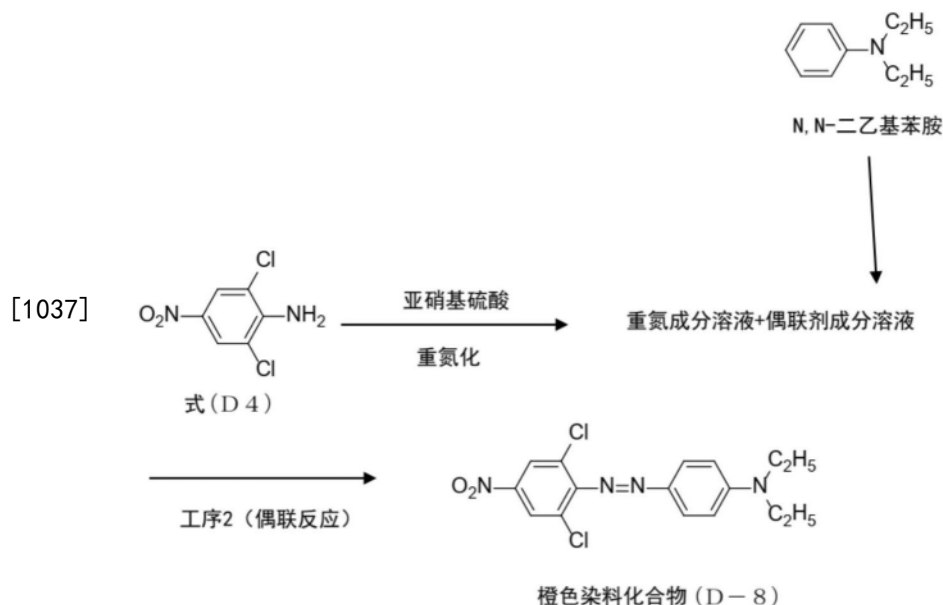


[1033] (合成例49)

[1034] [橙色染料化合物(D-8)的合成]

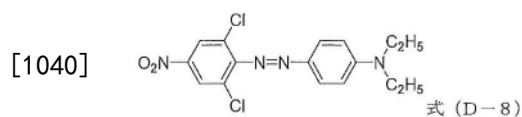
[1035] 橙色染料化合物(D-8)按照下述方案来制造。

[1036] [化学式175]



[1038] 作为偶联剂化合物,使用N,N-二乙基苯胺(7.45g)来代替式(C18)的化合物,除此以外,与合成例24同样地操作,得到下述式(D-8)所示的橙色染料化合物(15.2g、收率82.8%)。上述橙色染料化合物通过LCMS分析(m/z 367(M^+))来确认其结构。

[1039] [化学式176]

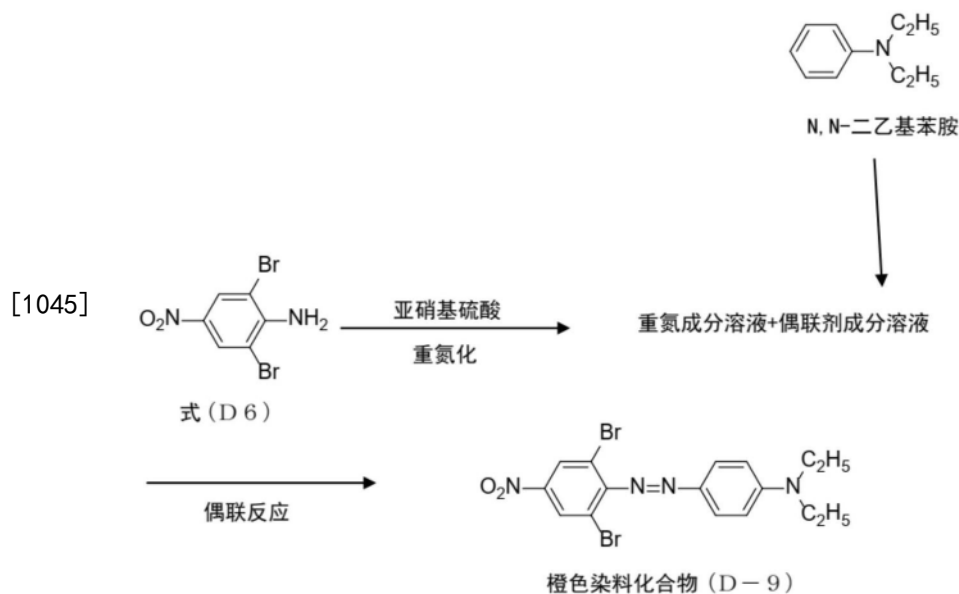


[1041] (合成例50)

[1042] [橙色染料化合物(D-9)的合成]

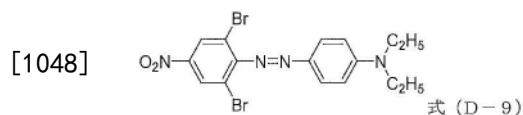
[1043] 橙色染料化合物(D-9)按照下述方案来制造。

[1044] [化学式177]



[1046] 作为偶联剂化合物,使用N,N-二乙基苯胺(7.45g)来代替式(C18)的化合物,除此以外,与合成例31同样地操作,得到下述式(D-9)所示的橙色染料化合物(18.2g、收率80.0%)。上述橙色染料化合物通过LCMS分析(m/z 455(M^+))来确认其结构。

[1047] [化学式178]

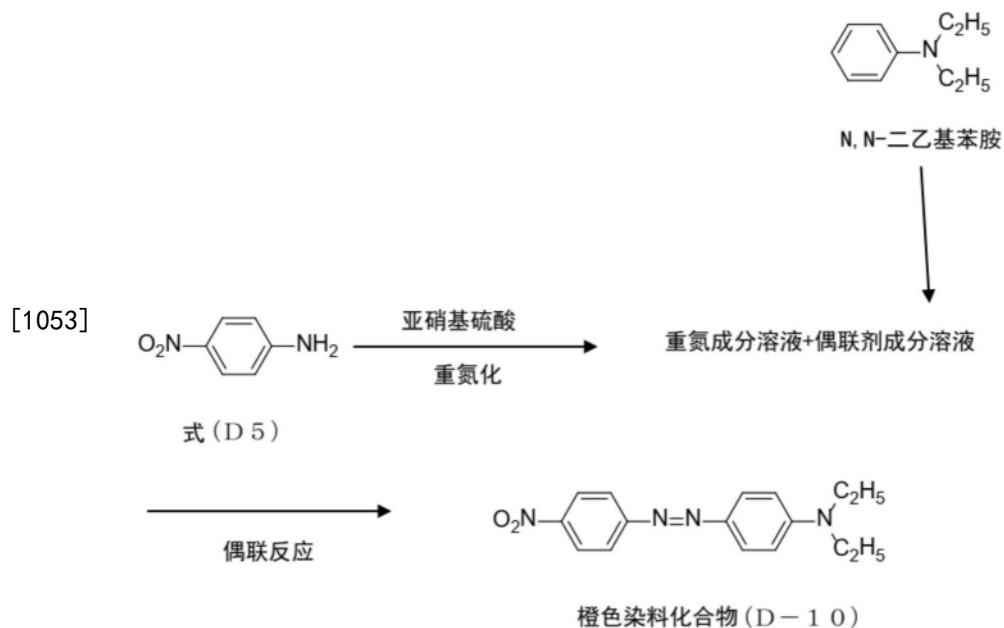


[1049] (合成例51)

[1050] [橙色染料化合物(D-10)的合成]

[1051] 橙色染料化合物(D-10)按照下述方案来制造。

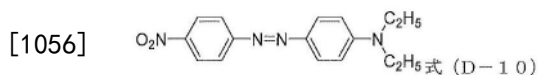
[1052] [化学式179]



[1054] 作为偶联剂化合物,使用N,N-二乙基苯胺(7.45g)来代替式(C18)的化合物,除此以外,与合成例30同样地操作,得到下述式(D-10)所示的橙色染料化合物(9.35g、收率

62.5%)。上述橙色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 299 (M^+)) 来确认其结构。

[1055] [化学式180]

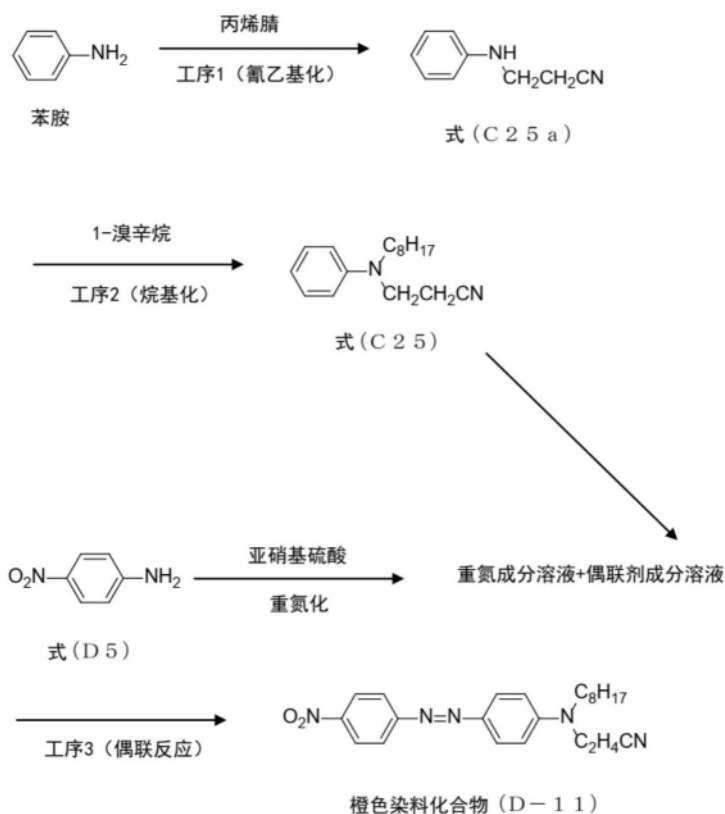


[1057] (合成例52)

[1058] [橙色染料化合物 (D-11) 的合成]

[1059] 橙色染料化合物 (D-11) 按照下述方案来制造。

[1060] [化学式181]

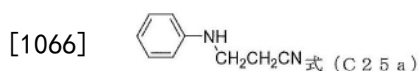


[1062] 52-A. 偶联剂化合物C25的合成及偶联剂成分溶液的制备

[1063] (工序1)

[1064] 将苯胺 (18.6g)、乙酸 (50g)、氯化亚铜 (1.3g)、丙烯腈 (20g) 的混合物加热至110℃并搅拌3小时。冷却至室温后,添加甲苯 (100g) 和10%碳酸钠水溶液 (150g) 而萃取有机层。将该萃取物用饱和食盐水进行洗涤后,将溶剂减压蒸馏除去,由此以粗产物得到下述式 (C25a) 所示的N-氰基乙基苯胺 (28.7g、收率98.2%)。

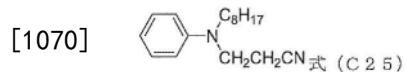
[1065] [化学式182]



[1067] (工序2)

[1068] 将上述工序中得到的N-氰基乙基苯胺 (28.7g) 与三乙胺 (15g) 与DMF (15g) 与1-溴辛烷 (14.5g) 的混合物升温至120℃,在相同温度下搅拌3小时,由此得到下述式 (C25) 所示的N-氰基乙基-N-辛基苯胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g),并冷却至5℃,从而得到包含式 (C25) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[1069] [化学式183]

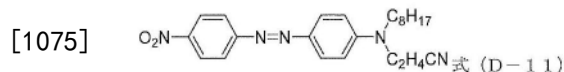


[1071] 52-B. 利用偶联反应的橙色染料化合物 (D-11) 的合成

[1072] (工序3)

[1073] 作为偶联剂成分溶液,使用式 (C25) 的化合物来代替式 (C18) 的化合物,除此以外,与合成例30同样地操作,得到下述式 (D-11) 所示的橙色染料化合物 (10.6g、收率52.0%)。上述橙色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 408 (M^+)) 来确认其结构。

[1074] [化学式184]

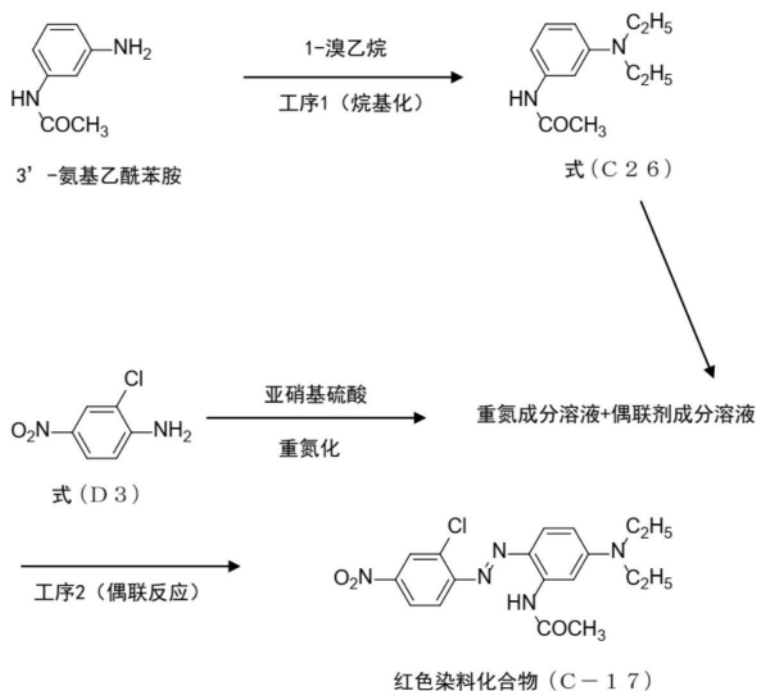


[1076] (合成例53)

[1077] [红色染料化合物 (C-17) 的合成]

[1078] 红色染料化合物 (C-17) 按照下述方案来制造。

[1079] [化学式185]

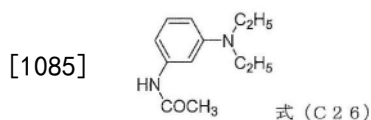


[1081] 53-A. 偶联剂化合物C26的合成及偶联剂成分溶液的制备

[1082] (工序1)

[1083] 使用3'-氨基乙酰苯胺 (7.50g) 来代替N-(3-氨基-4-甲氧基苯基) 辛烷酰胺,使用1-溴乙烷 (27.3g) 来代替1-溴辛烷,除此以外,与合成例1的工序4同样地操作,得到下述式 (C26) 所示的N-[3-(N,N-二乙基氨基) 苯基] 乙酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g), 并冷却至5℃, 从而得到包含式 (C26) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[1084] [化学式186]

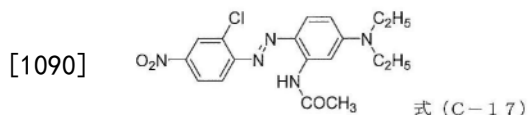


[1086] 53-B. 利用偶联反应的红色染料化合物 (C-17) 的合成

[1087] (工序2)

[1088] 作为偶联剂化合物,使用式 (C26) 的化合物来代替式 (C9) 的化合物,除此以外,与合成例17同样地操作,得到下述式 (C-17) 所示的红色染料化合物 (11.8g、收率60.5%)。上述红色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 390 (M^+)) 来确认其结构。

[1089] [化学式187]

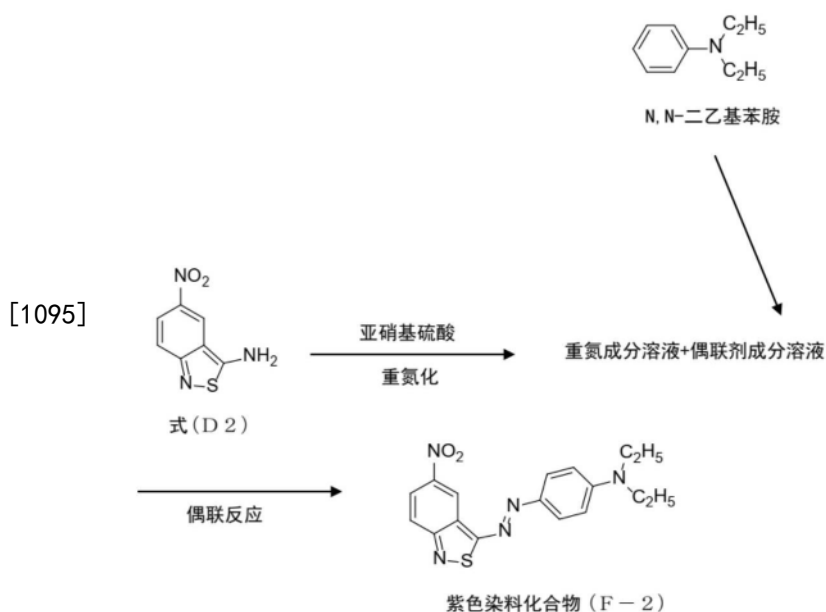


[1091] (合成例54)

[1092] [紫色染料化合物 (F-2) 的合成]

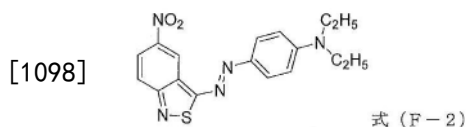
[1093] 紫色染料化合物 (F-2) 按照下述方案来制造。

[1094] [化学式188]



[1096] 作为偶联剂化合物,使用N,N-二乙基苯胺 (7.45g) 来代替式 (C18) 的化合物,除此以外,与合成例29同样地操作,得到下述式 (F-2) 所示的紫色染料化合物 (10.6g、收率59.6%)。上述紫色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 356 (M^+)) 来确认其结构。

[1097] [化学式189]

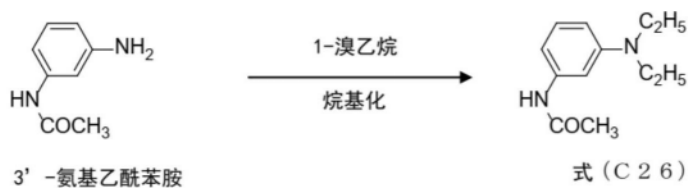


[1099] (合成例55)

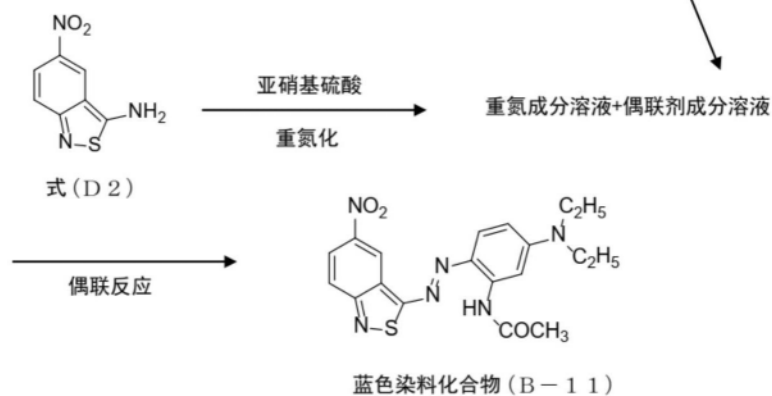
[1100] [蓝色染料化合物 (B-11) 的合成]

[1101] 蓝色染料化合物 (B-11) 按照下述方案来制造。

[1102] [化学式190]

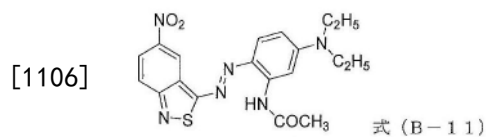


[1103]



[1104] 作为偶联剂化合物,使用式 (C26) 的化合物来代替式 (C9) 的化合物,除此以外,与合成例9的工序4及5同样地操作,得到下述式 (B-11) 所示的蓝色染料化合物 (11.9g、收率 57.6%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 413 (M^+)) 来确认其结构。

[1105] [化学式191]

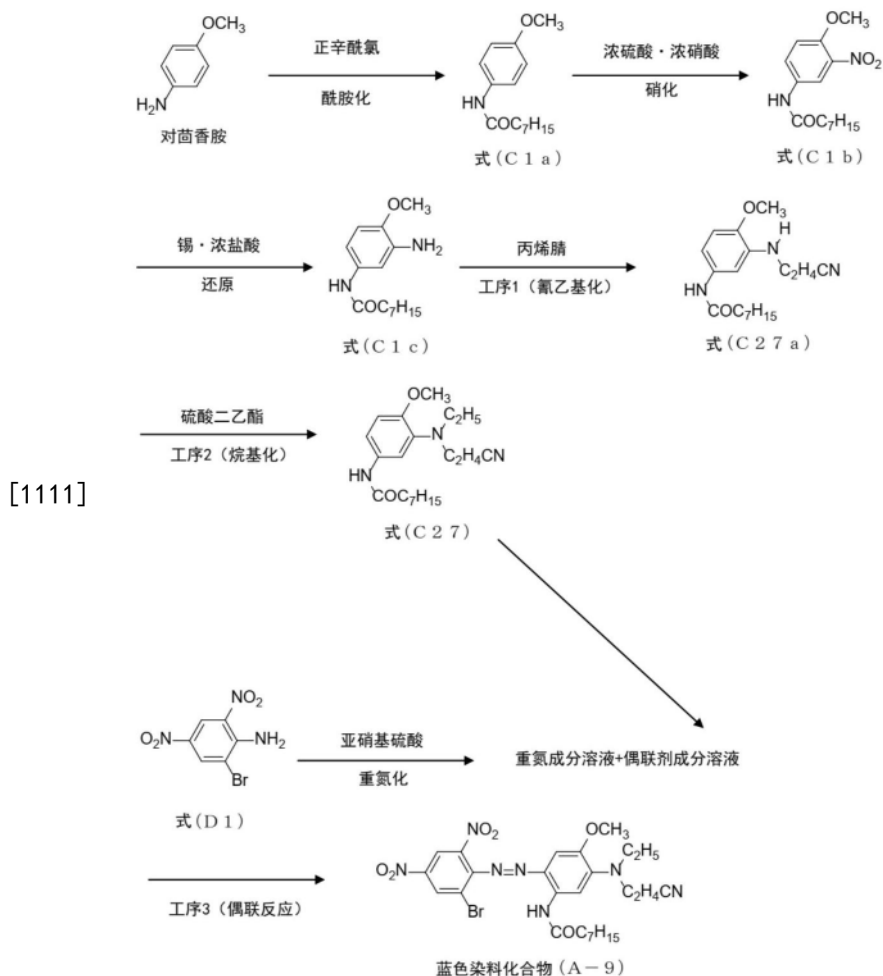


[1107] (合成例56)

[1108] [蓝色染料化合物 (A-9) 的合成]

[1109] 蓝色染料化合物 (A-9) 按照下述方案来制造。

[1110] [化学式192]

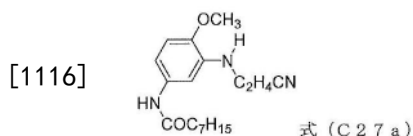


[1112] 56-A. 偶联剂化合物C27的合成及偶联剂成分溶液的制备

[1113] (工序1)

[1114] 将合成例1的工序3中得到的N-(3-氨基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺(13.2g)、乙酸(15g)、氯化亚铜(0.32g)、丙烯腈(5.0g)的混合物加热至110℃并搅拌3小时。冷却至室温后,添加甲苯(50g)和10%碳酸钠水溶液(75g)而萃取有机层。将该萃取物用饱和食盐水进行洗涤后,将溶剂减压蒸馏除去,由此以粗产物得到下述式(C27a)所示的N-(3-氰基乙基氨基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺(9.05g、收率57.0%)。

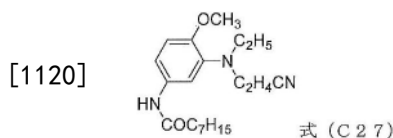
[1115] [化学式193]



[1117] (工序2)

[1118] 通过将上述工序中得到的N-(3-氰基乙基氨基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺(15.9g)与DMF(15g)与硫酸二乙酯(11.6g)的混合物升温至90℃,在相同温度下搅拌2小时,从而得到下述式(C27)所示的N-(3-N-乙基-N-氰基乙基氨基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C27)的化合物的偶联剂成分溶液。

[1119] [化学式194]

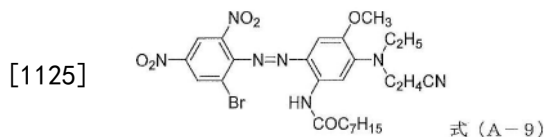


[1121] 56-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物 (A-9) 的合成

[1122] (工序3)

[1123] 作为偶联剂成分溶液,使用式 (C27) 的化合物来代替式 (C1) 的化合物,除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式 (A-9) 所示的蓝色染料化合物 (9.70g、收率 31.4%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 618 (M^+)) 来确认其结构。

[1124] [化学式195]

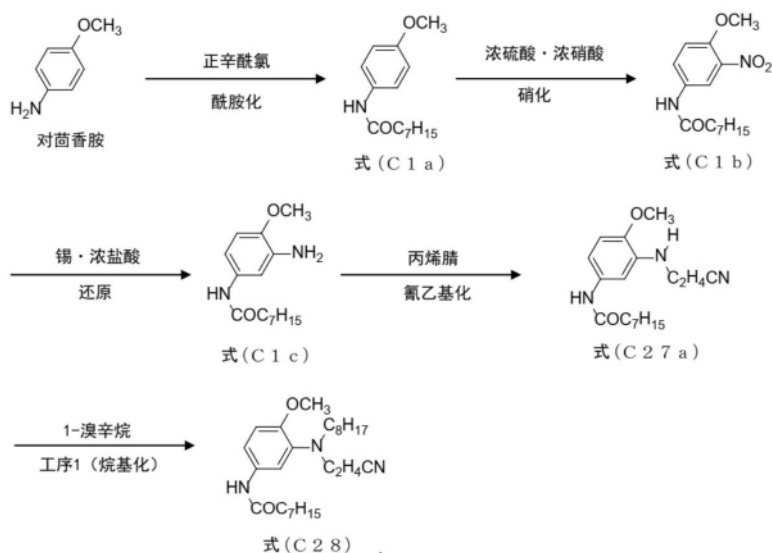


[1126] (合成例57)

[1127] [蓝色染料化合物 (A-10) 的合成]

[1128] 蓝色染料化合物 (A-10) 按照下述方案来制造。

[1129] [化学式196]

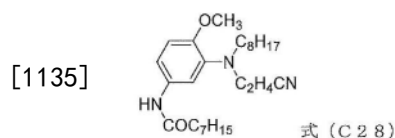


[1131] 57-A. 偶联剂化合物C28的合成及偶联剂成分溶液的制备

[1132] (工序1)

[1133] 通过将合成例56的工序1中得到的N-(3-氰基乙基氨基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺(15.9g)与DMF(20g)与三乙胺(12.6g)与1-溴辛烷(29.0g)的混合物升温至120℃,搅拌8小时,从而得到下述式(C28)所示的N-(3-N-辛基-N-氰基乙基氨基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C28)的偶联剂成分溶液。

[1134] [化学式197]

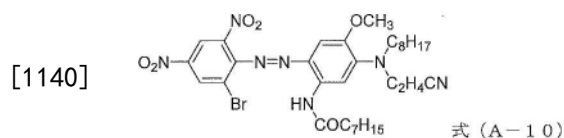


[1136] 57-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物(A-10)的合成

[1137] (工序2)

[1138] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C28)的化合物来代替式(C1)的化合物,除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式(A-10)所示的蓝色染料化合物(5.52g、收率15.7%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析(m/z 702(M^+))来确认其结构。

[1139] [化学式198]

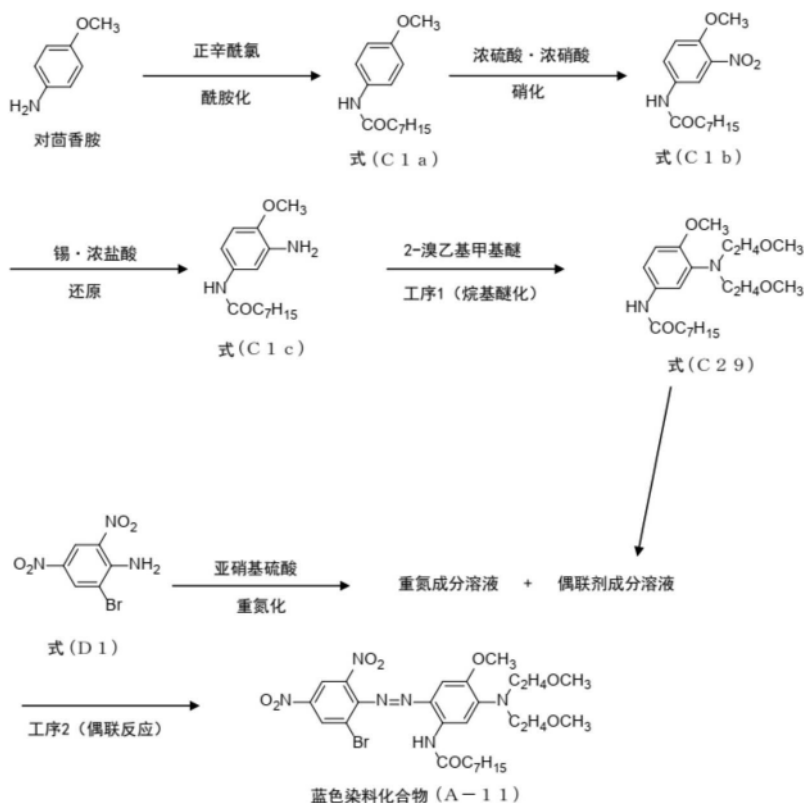


[1141] (合成例58)

[1142] [蓝色染料化合物(A-11)的合成]

[1143] 蓝色染料化合物(A-11)按照下述方案来制造。

[1144] [化学式199]



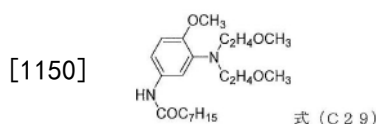
[1145]

[1146] 58-A. 偶联剂化合物C29的合成及偶联剂成分溶液的制备

[1147] (工序1)

[1148] 通过将合成例1的工序3中得到的N-(3-氨基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺(13.2g)与DMF(15g)与三乙胺(15g)与2-溴乙基甲基醚(27.8g)的混合物升温至110℃,搅拌8小时,从而得到下述式(C29)所示的N-[3-N,N-(2-二甲氧基乙基)氨基-4-甲氧基苯基]辛烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C29)的偶联剂成分溶液。

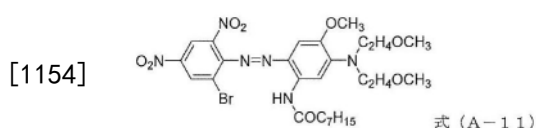
[1149] [化学式200]



[1151] (工序2)

[1152] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C29)的化合物来代替式(C1)的化合物,除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式(A-11)所示的蓝色染料化合物(6.58g、收率20.2%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析(m/z 653(M^+))来确认其结构。

[1153] [化学式201]

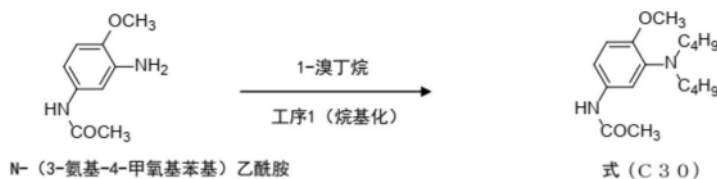


[1155] (合成例59)

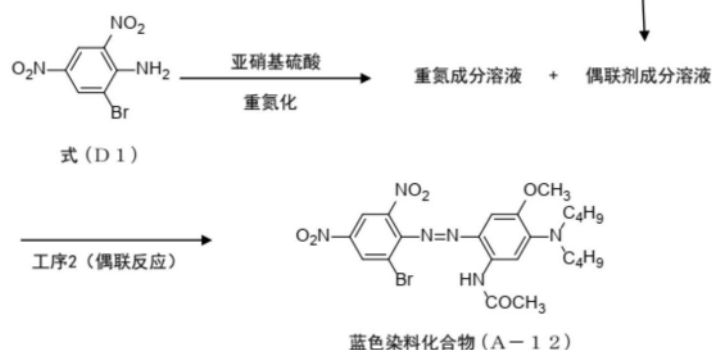
[1156] [蓝色染料化合物(A-12)的合成]

[1157] 蓝色染料化合物(A-12)按照下述方案来制造。

[1158] [化学式202]



[1159]

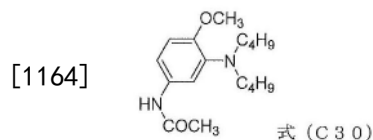


[1160] 59-A. 偶联剂化合物C30的合成及偶联剂成分溶液的制备

[1161] (工序1)

[1162] 使用N-(3-氨基-4-甲氧基苯基)乙酰胺(以市售品购入)(9.0g)来代替N-(3-氨基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺,使用1-溴丁烷(27.4g)来代替1-溴辛烷,除此以外,与合成例1的工序4同样地操作,得到下述式(C30)所示的N-[3-(N,N-二己基氨基)-4-甲氧基苯基]乙酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C30)的偶联剂成分溶液。

[1163] [化学式203]

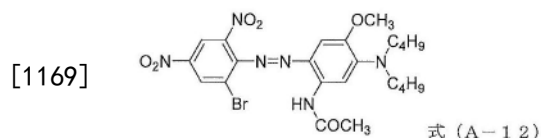


[1165] 59-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物(A-12)的合成

[1166] (工序2)

[1167] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C30)的化合物来代替式(C1)的化合物,除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式(A-12)所示的蓝色染料化合物(14.1g、收率49.9%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析(m/z 565(M^+))来确认其结构。

[1168] [化学式204]

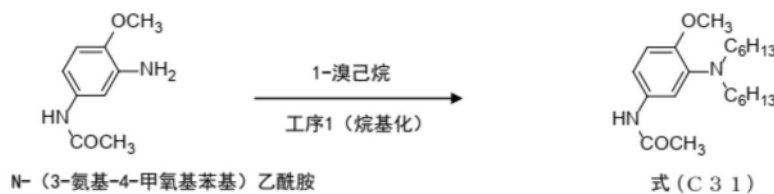


[1170] (合成例60)

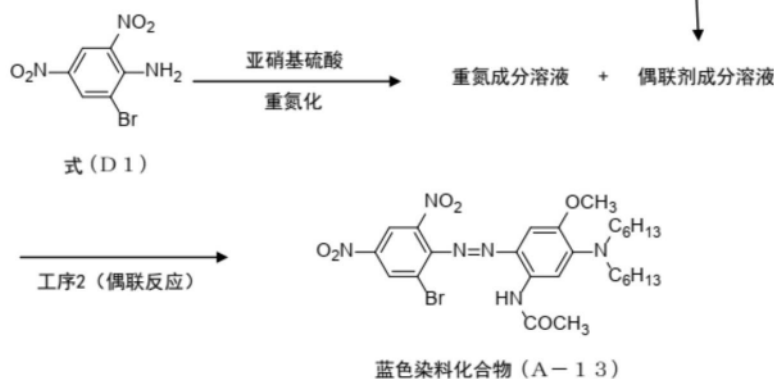
[1171] [蓝色染料化合物(A-13)的合成]

[1172] 蓝色染料化合物(A-13)按照下述方案来制造。

[1173] [化学式205]



[1174]



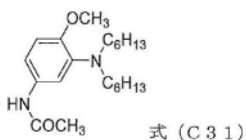
[1175] 60-A. 偶联剂化合物C31的合成及偶联剂成分溶液的制备

[1176] (工序1)

[1177] 使用N-(3-氨基-4-甲氧基苯基)乙酰胺(以市售品购入)(9.0g)来代替N-(3-氨基-4-甲氧基苯基)辛烷酰胺,使用1-溴己烷(33.0g)来代替1-溴辛烷,除此以外,与合成例1的工序4同样地操作,得到下述式(C31)所示的N-[3-(N,N-二己基氨基)-4-甲氧基苯基]乙酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C31)的化合物的偶联剂成分溶液。

[1178] [化学式206]

[1179]



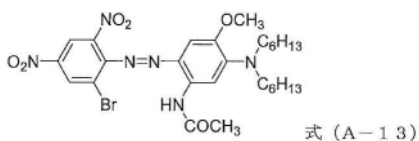
[1180] 60-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物(A-13)的合成

[1181] (工序2)

[1182] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C31)的化合物来代替式(C1)的化合物,除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式(A-13)所示的蓝色染料化合物(10.7g、收率34.5%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析(m/z 621(M^+))来确认其结构。

[1183] [化学式207]

[1184]

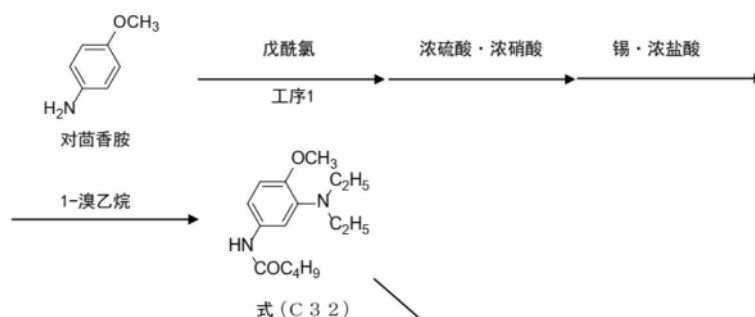


[1185] (合成例61)

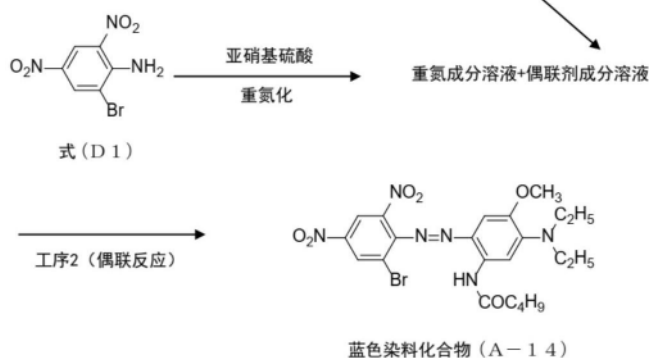
[1186] [蓝色染料化合物(A-14)的合成]

[1187] 蓝色染料化合物(A-14)按照下述方案来制造。

[1188] [化学式208]



[1189]

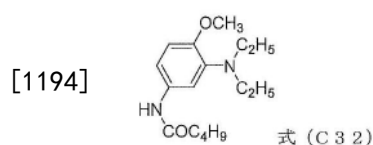


[1190] 61-A. 偶联剂化合物C32的合成及偶联剂成分溶液的制备

[1191] (工序1)

[1192] 在合成例1的工序1中,使用戊酰氯(25.3g)来代替正辛酰氯,在工序4中使用1-溴乙烷(27.3g)来代替1-溴辛烷,除此以外,与合成例1的工序1至4同样地操作,得到下述式(C32)所示的N-[3-(N,N-二乙基氨基)-4-甲氧基苯基]戊烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C32)的化合物的偶联剂成分溶液。

[1193] [化学式209]

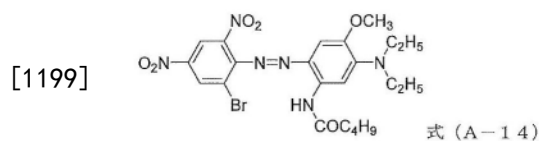


[1195] 61-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物(A-14)的合成

[1196] (工序2)

[1197] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C32)的化合物来代替式(C1)的化合物,除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式(A-14)所示的蓝色染料化合物(24.1g、收率87.5%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析(m/z 551(M^+))来确认其结构。

[1198] [化学式210]

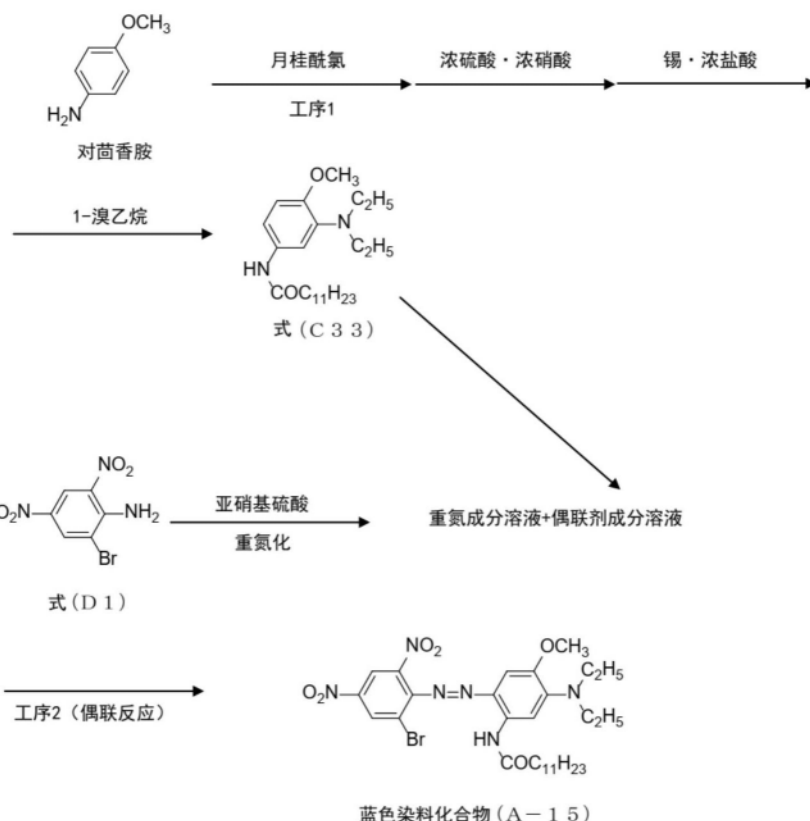


[1200] (合成例62)

[1201] [蓝色染料化合物(A-15)的合成]

[1202] 蓝色染料化合物(A-15)按照下述方案来制造。

[1203] [化学式211]

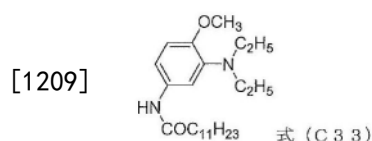


[1205] 62-A. 偶联剂化合物C33的合成及偶联剂成分溶液的制备

[1206] (工序1)

[1207] 在合成例1的工序1中,使用月桂酰氯(45.9g)来代替正辛酰氯,在工序4中使用1-溴乙烷(27.3g)来代替1-溴辛烷,除此以外,与合成例1的工序1至4同样地操作,得到下述式(C33)所示的N-[3-(N,N-二乙基氨基)-4-甲氧基苯基]十二烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C33)的化合物的偶联剂成分溶液。

[1208] [化学式212]

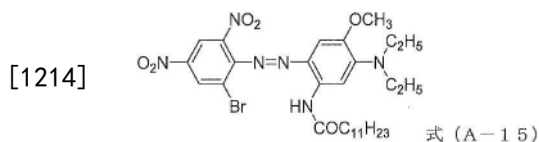


[1210] 62-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物(A-15)的合成

[1211] (工序2)

[1212] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C33)来代替式(C1),除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式(A-15)所示的蓝色染料化合物(26.8g、收率82.6%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析(m/z 649(M^+))来确认其结构。

[1213] [化学式213]

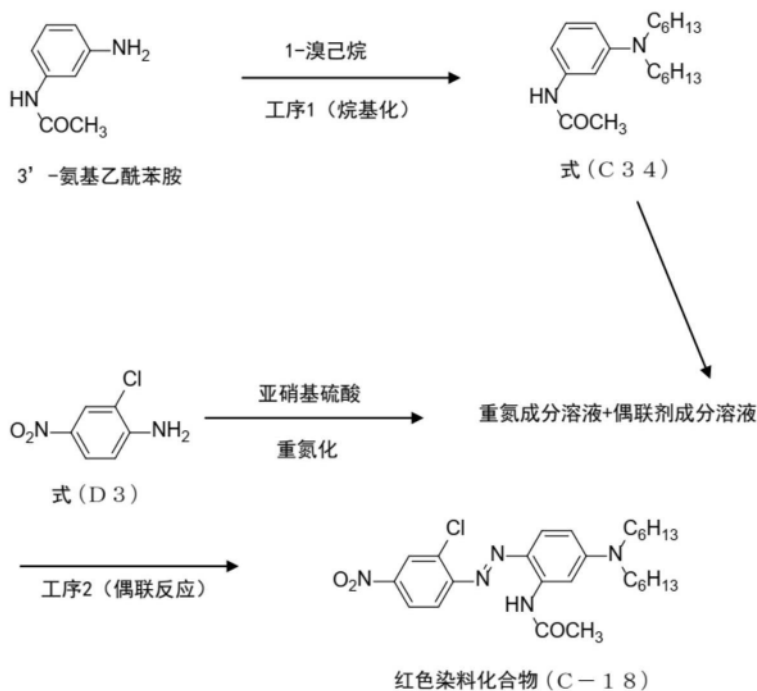


[1215] (合成例63)

[1216] [红色染料化合物 (C-18) 的合成]

[1217] 红色染料化合物 (C-18) 按照下述方案来制造。

[1218] [化学式214]

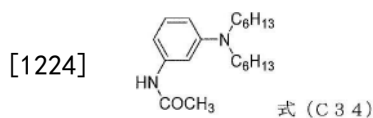


[1220] 63-A. 偶联剂化合物C34的合成及偶联剂成分溶液的制备

[1221] (工序1)

[1222] 在合成例9的工序3中,使用1-溴己烷(33.0g)来代替1-溴辛烷,使用3'-氨基乙酰苯胺(7.50g)来代替N-(3-氨基苯基)辛烷酰胺,除此以外,与合成例9的工序3同样地操作,得到下述式(C34)所示的N-[3-(N,N-二己基氨基)苯基]乙酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C34)的化合物的偶联剂成分溶液。

[1223] [化学式215]

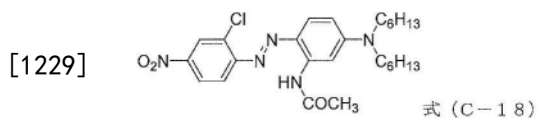


[1225] 63-B. 利用偶联反应的红色染料化合物 (C-18) 的合成

[1226] (工序2)

[1227] 作为偶联剂成分溶液,使用式(C34)的化合物来代替式(C9)的化合物,除此以外,与合成例17同样地操作,得到下述式(C-18)所示的红色染料化合物(20.1g、收率80.1%)。上述红色染料化合物通过LCMS分析(m/z 502(M^+))来确认其结构。

[1228] [化学式216]

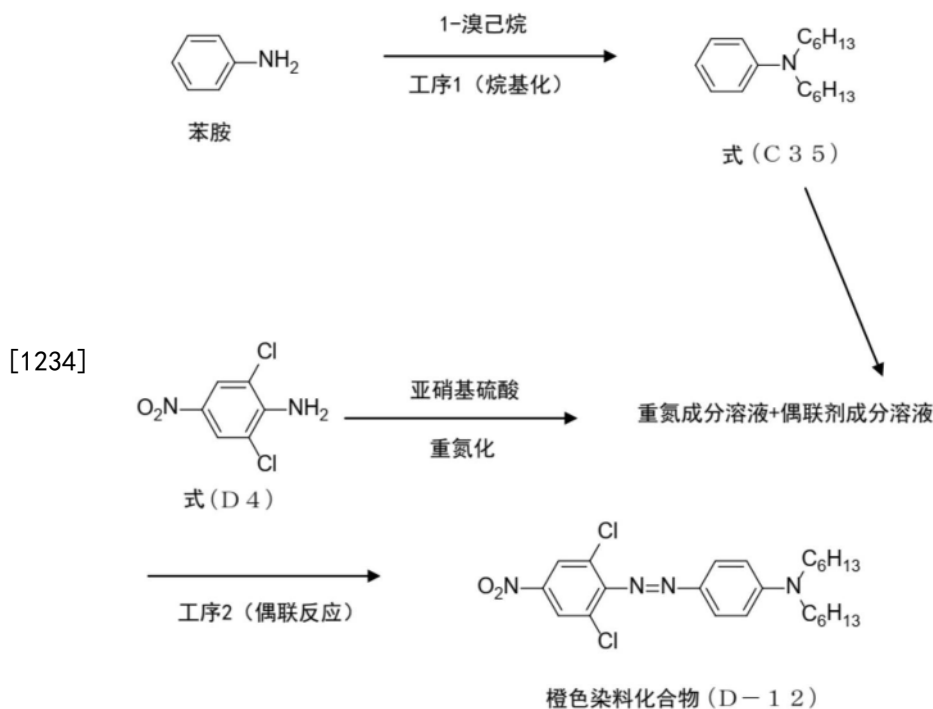


[1230] (合成例64)

[1231] [橙色染料化合物 (D-12) 的合成]

[1232] 橙色染料化合物 (D-12) 按照下述方案来制造。

[1233] [化学式217]

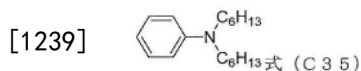


[1235] 64-A. 偶联剂化合物C35的合成及偶联剂成分溶液的制备

[1236] (工序1)

[1237] 使用苯胺 (4.66g) 来代替N-(3-氨基-4-甲氧基苯基) 辛烷酰胺, 使用1-溴己烷 (33.0g) 来代替1-溴辛烷, 除此以外, 与合成例1的工序4同样地操作, 得到下述式 (C35) 所示的N,N-二己基苯胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g), 并冷却至5℃, 从而得到包含式 (C35) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[1238] [化学式218]

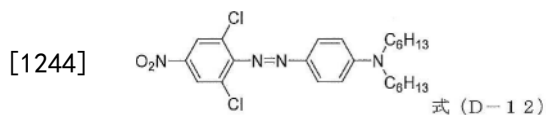


[1240] 64-B. 利用偶联反应的橙色染料化合物 (D-12) 的合成

[1241] (工序2)

[1242] 作为偶联剂成分溶液, 使用式 (C35) 的化合物来代替式 (C18) 的化合物, 除此以外, 与合成例24同样地操作, 得到下述式 (D-12) 所示的橙色染料化合物 (13.5g、收率56.4%)。上述橙色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 479 (M^+)) 来确认其结构。

[1243] [化学式219]

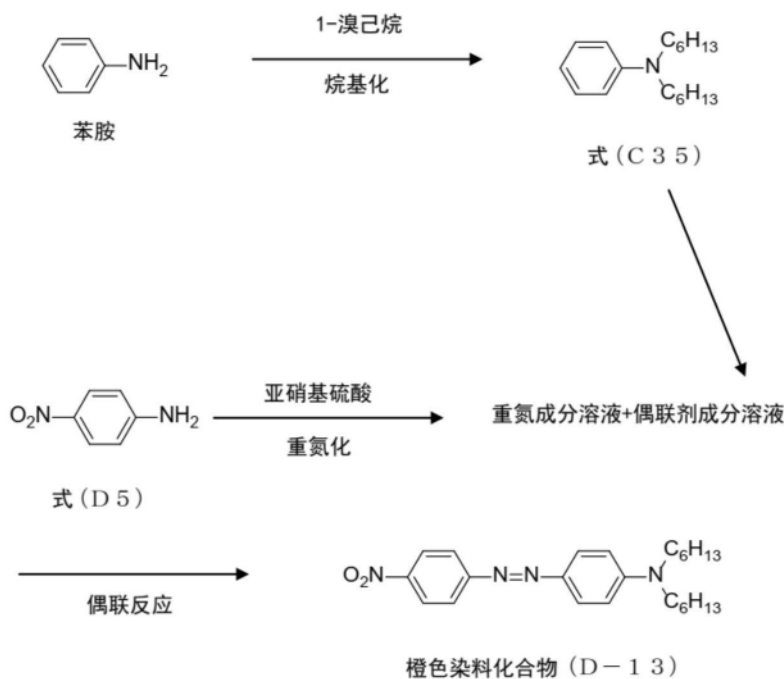


[1245] (合成例65)

[1246] [橙色染料化合物 (D-13) 的合成]

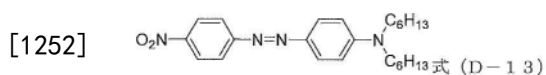
[1247] 橙色染料化合物 (D-13) 按照下述方案来制造。

[1248] [化学式220]



[1250] 作为偶联剂成分溶液,使用式 (C35) 的化合物来代替式 (C18) 的化合物,除此以外,与合成例30同样地操作,得到下述式 (D-13) 所示的橙色染料化合物 (16.4g、收率79.8%)。上述橙色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 411 (M^+)) 来确认其结构。

[1251] [化学式221]

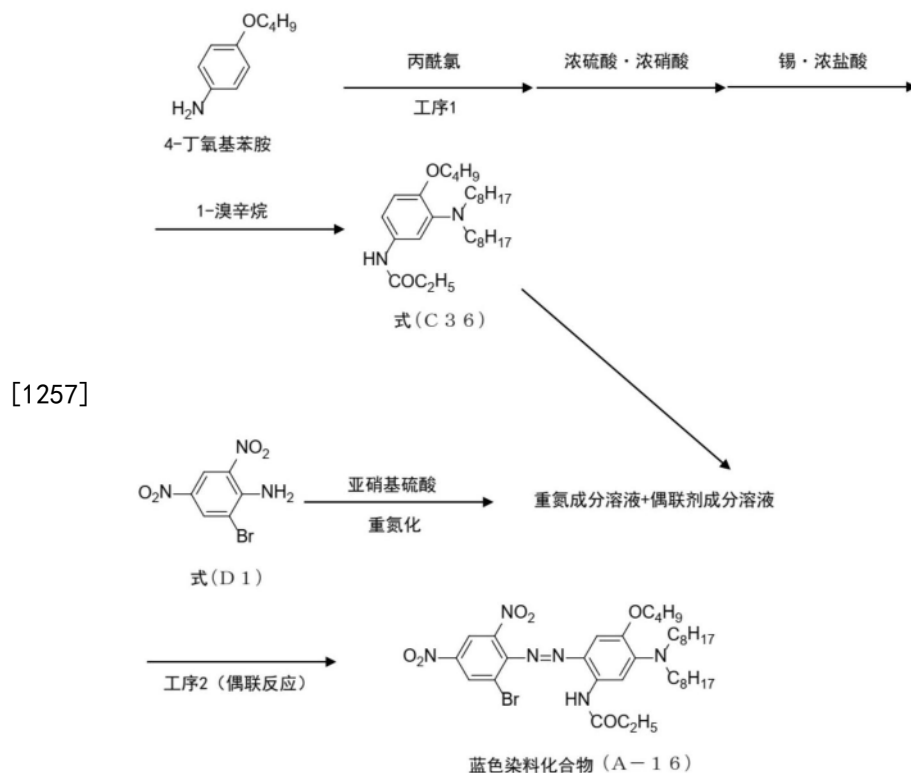


[1253] (合成例66)

[1254] [蓝色染料化合物 (A-16) 的合成]

[1255] 蓝色染料化合物 (A-16) 按照下述方案来制造。

[1256] [化学式222]

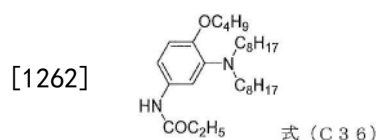


[1258] 66-A. 偶联剂化合物C8的合成及偶联剂成分溶液的制备

[1259] (工序1)

[1260] 在合成例1的工序1中,使用4-丁氧基苯胺(33.0g)来代替对茴香胺,使用丙酰氯(19.4g)来代替正辛酰氯,除此以外,与合成例1的工序1至4同样地操作,得到下述式(C36)所示的N-[3-(N,N-二辛基氨基)-4-丁氧基苯基]丙烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C36)的化合物的偶联剂成分溶液。

[1261] [化学式223]

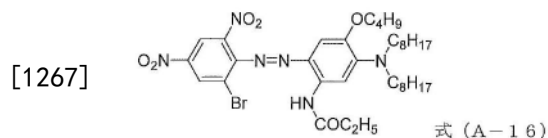


[1263] 66-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物(A-16)的合成

[1264] (工序2)

[1265] 作为偶联剂成分溶液,使用工序1中得到的式(C36)的化合物来代替式(C1)的化合物,除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式(A-16)所示的蓝色染料化合物(6.45g、收率17.6%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析(m/z 733(M^+))来确认其结构。

[1266] [化学式224]

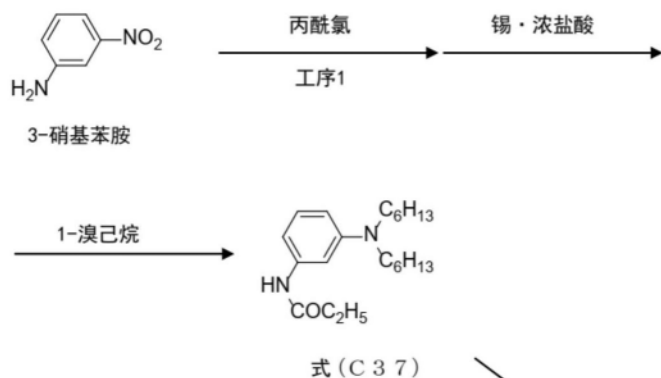


[1268] (合成例67)

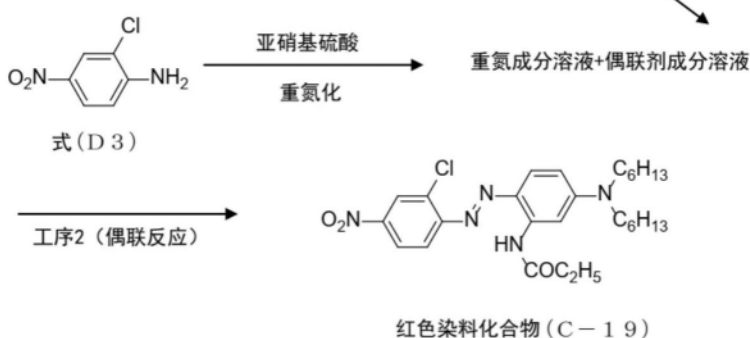
[1269] [红色染料化合物(C-19)的合成]

[1270] 红色染料化合物(C-19)按照下述方案来制造。

[1271] [化学式225]



[1272]

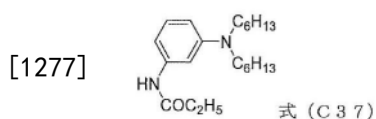


[1273] 67-A. 偶联剂化合物C37的合成及偶联剂成分溶液的制备

[1274] (工序1)

[1275] 在合成例9的工序1中,使用乙酰氯 (19.4g) 来代替正辛酰氯,在合成例9的工序3中使用1-溴己烷 (33.0g) 来代替1-溴辛烷,除此以外,与合成例9的工序1至3同样地操作,得到下述式 (C37) 所示的N-[3-(N,N-二己基氨基)苯基]丙烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇 (30g),并冷却至5℃,从而得到包含式 (C37) 的化合物的偶联剂成分溶液。

[1276] [化学式226]

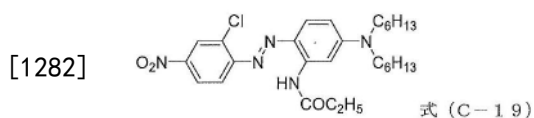


[1278] 67-B. 利用偶联反应的红色染料化合物 (C-19) 的合成

[1279] (工序2)

[1280] 作为偶联剂成分溶液,使用工序1中得到的式 (C37) 的化合物来代替式 (C9) 的化合物,除此以外,与合成例17的工序1及2同样地操作,得到下述式 (C-19) 所示的红色染料化合物 (17.6g、收率68.2%)。上述红色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 516 (M^+)) 来确认其结构。

[1281] [化学式227]

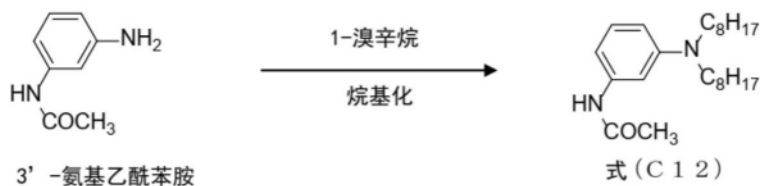


[1283] (合成例68)

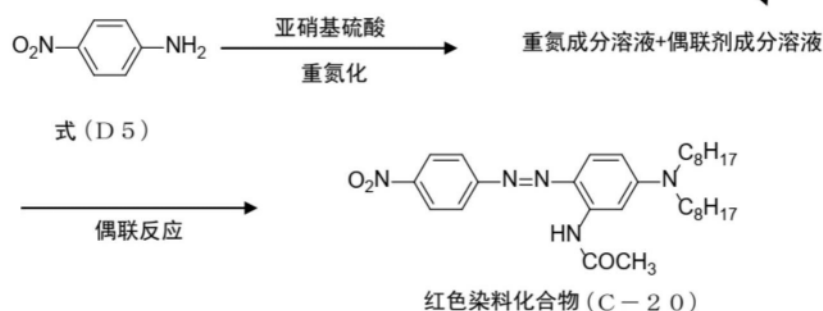
[1284] [红色染料化合物 (C-20) 的合成]

[1285] 红色染料化合物 (C-20) 按照下述方案来制造。

[1286] [化学式228]

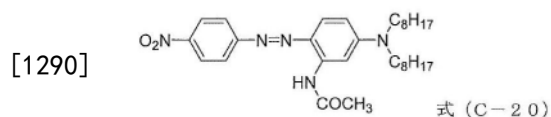


[1287]



[1288] 作为偶联剂成分溶液,使用式 (C12) 的化合物来代替式 (C18) 的化合物,除此以外,与合成例30的工序1及2同样地操作,得到下述式 (C-20) 所示的红色染料化合物 (23.0g、收率87.7%)。上述红色染料化合物通过LCMS分析 (m/z 524 (M^+)) 来确认其结构。

[1289] [化学式229]

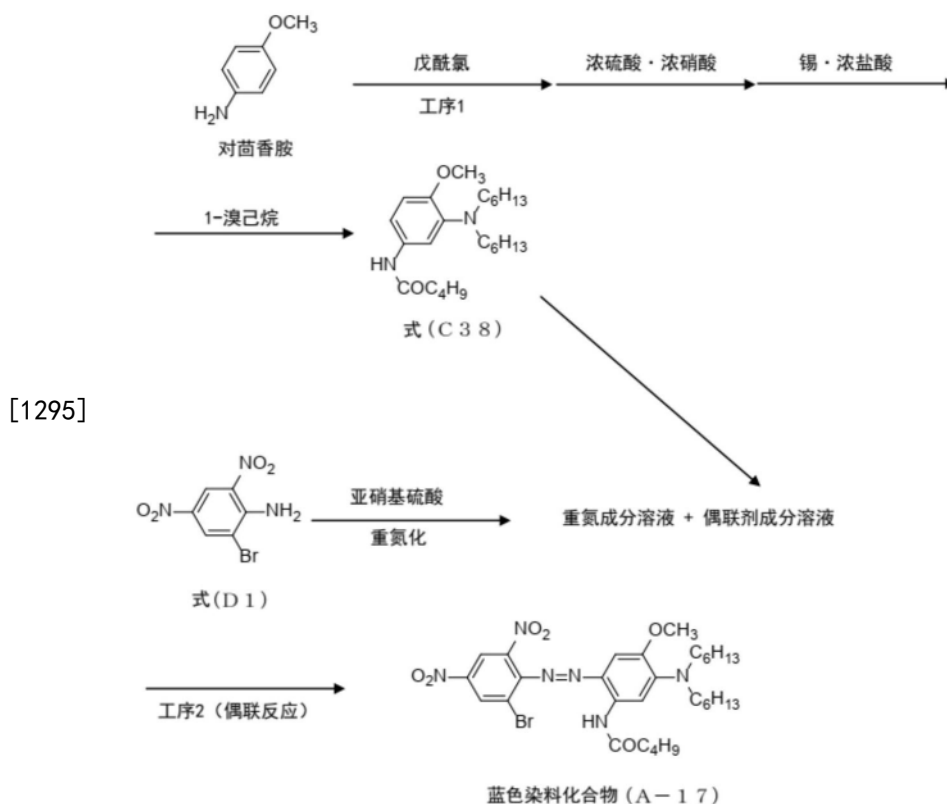


[1291] (合成例69)

[1292] [蓝色染料化合物 (A-17) 的合成]

[1293] 蓝色染料化合物 (A-17) 按照下述方案来制造。

[1294] [化学式230]

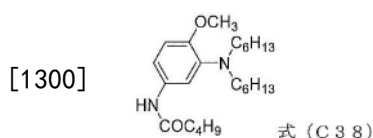


[1296] 69-A. 偶联剂化合物C38的合成及偶联剂成分溶液的制备

[1297] (工序1)

[1298] 在合成例1的工序1中,使用戊酰氯(25.3g)来代替正辛酰氯,在工序4中使用1-溴己烷(33.0g)来代替1-溴辛烷,除此以外,与合成例1的工序1至4同样地操作,得到下述式(C38)所示的N-[3-(N,N-二己基氨基)-4-甲氧基苯基]戊烷酰胺。通过在该反应混合物中加入甲醇(30g),并冷却至5℃,从而得到包含式(C38)的化合物的偶联剂成分溶液。

[1299] [化学式231]

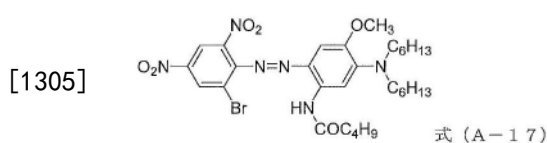


[1301] 69-B. 利用偶联反应的蓝色染料化合物(A-17)的合成

[1302] (工序2)

[1303] 作为偶联剂成分溶液,使用工序1中得到的式(C38)的化合物来代替式(C1)的化合物,除此以外,与合成例1的工序5及6同样地操作,得到下述式(A-17)所示的蓝色染料化合物(15.3g、收率48.4%)。上述蓝色染料化合物通过LCMS分析(m/z 663(M^+))来确认其结构。

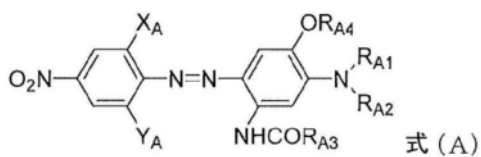
[1304] [化学式232]



[1306] 将合成例中记载的染料化合物及以往的染料化合物的结构式示于表3~9中。

[1307] 表3

[1308]



合成例	化合物	X _A	Y _A	R _{A1}	R _{A2}	R _{A3}	R _{A4}
1	A-1	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅	CH ₃
2	A-2	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉	CH ₃
3	A-3	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	CH ₃
4	A-4	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	-CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	CH ₃
5	A-5	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃	CH ₃
6	A-6	NO ₂	Br	C ₁₂ H ₂₅	C ₁₂ H ₂₅	CH ₃	CH ₃
7	A-7	NO ₂	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅	CH ₃
8	A-8	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅	C ₂ H ₅
56	A-9	NO ₂	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ CN	C ₇ H ₁₅	CH ₃
57	A-10	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ CN	C ₇ H ₁₅	CH ₃
58	A-11	NO ₂	Br	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₇ H ₁₅	CH ₃
59	A-12	NO ₂	Br	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	CH ₃	CH ₃
60	A-13	NO ₂	Br	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	CH ₃	CH ₃
61	A-14	NO ₂	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉	CH ₃
62	A-15	NO ₂	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₁₁ H ₂₃	CH ₃
66	A-16	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉
69	A-17	NO ₂	Br	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	C ₄ H ₉	CH ₃

[1309]

[1310] 表4

[1311]

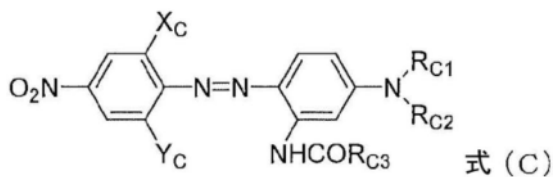


合成例	化合物	R _{B1}	R _{B2}	R _{B3}
9	B-1	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
10	B-2	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉
11	B-3	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
12	B-4	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
13	B-5	C ₁₂ H ₂₅	C ₁₂ H ₂₅	CH ₃
14	B-6	C ₁₂ H ₂₅	C ₁₂ H ₂₅	C ₂ H ₅
15	B-7	CH ₂ -CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	CH ₂ -CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	CH ₃
16	B-8	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅
47	B-9	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	C ₇ H ₁₅
48	B-10	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	-CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉
55	B-11	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃

[1312]

[1313] 表5

[1314]

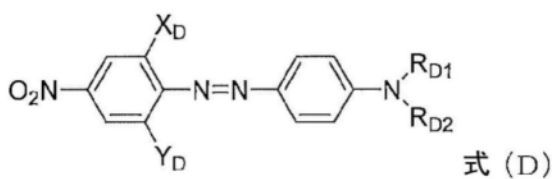


[1315]

合成例	化合物	X _C	Y _C	R _{C1}	R _{C2}	R _{C3}
17	C-1	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
18	C-2	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉
19	C-3	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
20	C-4	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
21	C-5	Cl	H	C ₁₂ H ₂₅	C ₁₂ H ₂₅	CH ₃
22	C-6	Cl	H	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	CH ₃
23	C-7	Cl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅
53	C-17	Cl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃
63	C-18	Cl	H	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	CH ₃
67	C-19	Cl	H	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	C ₂ H ₅
36	C-8	Br	NO ₂	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅
37	C-9	Br	NO ₂	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
38	C-10	NO ₂	CN	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
39	C-11	Br	CN	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
40	C-12	Br	CN	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	C ₇ H ₁₅
41	C-13	Br	CN	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
42	C-14	Br	CN	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅
43	C-15	CN	CN	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
44	C-16	CN	CN	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅
68	C-20	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃

[1316] 表6

[1317]

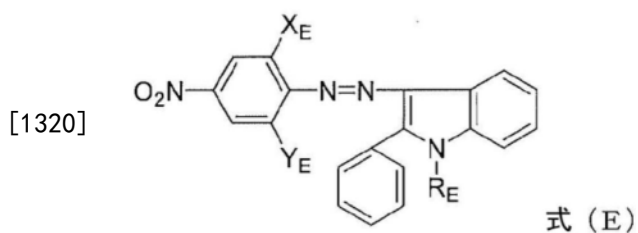


[1318]

合成例	化合物	X _D	Y _D	R _{D1}	R _{D2}
24	D-1	Cl	Cl	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
25	D-2	Cl	Cl	C ₁₂ H ₂₅	C ₁₂ H ₂₅
26	D-3	Cl	Cl	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉
30	D-4	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
31	D-5	Br	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
32	D-6	Br	Br	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉

35	D-7	H	CN	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
49	D-8	Cl	Cl	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
50	D-9	Br	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
51	D-10	H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
52	D-11	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ CN
64	D-12	Cl	Cl	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃
65	D-13	H	H	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃

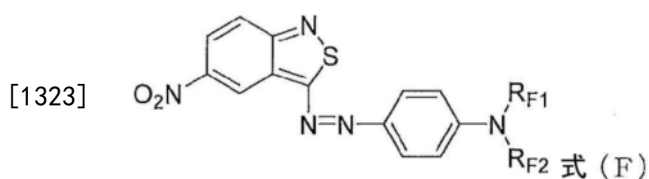
[1319] 表7



[1321]

合成例	化合物	X _E	Y _E	R _E
33	E-1	Cl	Cl	C ₈ H ₁₇
34	E-2	Cl	Cl	C ₄ H ₉

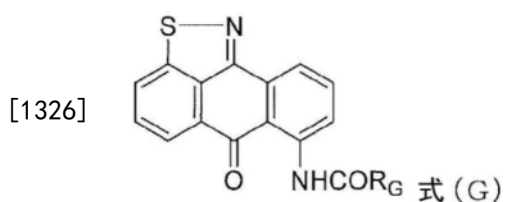
[1322] 表8



[1324]

合成例	化合物	R _{F1}	R _{F2}
29	F-1	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
54	F-2	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅

[1325] 表9



[1327]

合成例	化合物	R _G
27	G-1	-CH(C ₆ H ₁₃)C ₈ H ₁₇
28	G-2	C ₇ H ₁₅
45	G-3	-CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉
46	G-4	C ₈ H ₁₇

[1328] <染料组合物的制造例>

[1329] 为了进行水系染色,制造了表3~9中记载的化合物的染料组合物。以下示出制造例。在本制造例中,染料组合物为液状的水系分散体或粉体状。具体而言,染料组合物制造例1~105为液状的染料组合物的制造例,染料组合物制造例106~141为粉体状的染料组合

物的制造例。需要说明的是,染料组合物中的化合物的体积中值粒径利用株式会社堀场制作所的动态光散射式粒径分布测定装置LB-500来进行测定。

[1330] (染料组合物制造例1)

[1331] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例5中得到的化合物A-5并进行搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.17 μm 、浓度为20质量%的化合物A-5染料组合物。

[1332] (染料组合物制造例2)

[1333] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物4g溶解于水76g中。向其中添加20g的合成例5中得到的化合物A-5并进行搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.20 μm 、浓度为20质量%的化合物A-5染料组合物。

[1334] (染料组合物制造例3)

[1335] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水70g中。向其中添加20g的合成例5中得到的化合物A-5并进行搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.16 μm 、浓度为20质量%的化合物A-5染料组合物。

[1336] (染料组合物制造例4)

[1337] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物30g溶解于水50g中。向其中添加20g的合成例5中得到的化合物A-5并进行搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.19 μm 、浓度为20质量%的化合物A-5染料组合物。

[1338] (染料组合物制造例5)

[1339] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水50g中,接着溶解丙二醇10g。向其中添加20g的合成例5中得到的化合物A-5并进行搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.19 μm 、浓度为20质量%的化合物A-5染料组合物。

[1340] (染料组合物制造例6)

[1341] 将作为分散剂的三苯乙烯化苯酚-环氧乙烷50摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例5中得到的化合物A-5并进行搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.19 μm 、浓度为20质量%的化合物A-5染料组合物。

[1342] (染料组合物制造例7)

[1343] 将作为分散剂的三苊基苯酚-环氧乙烷23摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例5中得到的化合物A-5并进行搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.15 μm 、浓度为20质量%的化合物A-5染料组合物。

[1344] (染料组合物制造例8)

[1345] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水60g中。向

其中添加20g的合成例3中得到的化合物A-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.12 μm 、浓度为20质量%的化合物A-3染料组合物。

[1346] (染料组合物制造例9)

[1347] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g及三苯乙烯化苯酚-环氧乙烷50摩尔加成物10g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例3中得到的化合物A-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.14 μm 、浓度为20质量%的化合物A-3染料组合物。

[1348] (染料组合物制造例10)

[1349] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g及三苊基苯酚-环氧乙烷23摩尔加成物10g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例3中得到的化合物A-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.12 μm 、浓度为20质量%的化合物A-3染料组合物。

[1350] (染料组合物制造例11)

[1351] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g及木素磺酸钠10g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例3中得到的化合物A-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.16 μm 、浓度为20质量%的化合物A-3染料组合物。

[1352] (染料组合物制造例12)

[1353] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g及三苯乙烯化苯酚-环氧乙烷29摩尔加成物的硫酸酯钠盐10g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例3中得到的化合物A-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.15 μm 、浓度为20质量%的化合物A-3染料组合物。

[1354] (染料组合物制造例13)

[1355] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例1中得到的化合物A-1并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.27 μm 、浓度为20质量%的化合物A-1染料组合物。

[1356] (染料组合物制造例14)

[1357] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水70g中。向其中添加20g的合成例12中得到的化合物B-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.22 μm 、浓度为20质量%的化合物B-4染料组合物。

[1358] (染料组合物制造例15)

[1359] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水60g中,接着溶解丙二醇10g。向其中添加20g的合成例12中得到的化合物B-4并搅拌,制备了水系浆

料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.20 μm 、浓度为20质量%的化合物B-4染料组合物。

[1360] (染料组合物制造例16)

[1361] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例11中得到的化合物B-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.17 μm 、浓度为20质量%的化合物B-3染料组合物。

[1362] (染料组合物制造例17)

[1363] 将作为分散剂的三苯乙烯化苯酚-环氧乙烷50摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例11中得到的化合物B-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.15 μm 、浓度为20质量%的化合物B-3染料组合物。

[1364] (染料组合物制造例18)

[1365] 将作为分散剂的三苊基苯酚-环氧乙烷23摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例11中得到的化合物B-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.16 μm 、浓度为20质量%化合物B-3的染料组合物。

[1366] (染料组合物制造例19)

[1367] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水50g中,接着溶解丙二醇10g。向其中添加20g的合成例11中得到的化合物B-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.16 μm 、浓度为20质量%的化合物B-3染料组合物。

[1368] (染料组合物制造例20)

[1369] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水70g中。向其中添加20g的合成例9中得到的化合物B-1并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.22 μm 、浓度为20质量%的化合物B-1染料组合物。

[1370] (染料组合物制造例21)

[1371] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水70g中。向其中添加20g的合成例48中得到的化合物B-10并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.24 μm 、浓度20质量%的化合物B-10染料组合物。

[1372] (染料组合物制造例22)

[1373] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物4g溶解于水76g中。向其中添加20g的合成例20中得到的化合物C-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.29 μm 、浓度为20质量%的化合物C-4染料组合物。

[1374] (染料组合物制造例23)

[1375] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水70g中。向

其中添加20g的合成例20中得到的化合物C-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.24 μm 、浓度为20质量%的化合物C-4染料组合物。

[1376] (染料组合物制造例24)

[1377] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例20中得到的化合物C-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.22 μm 、浓度20质量%的化合物C-4染料组合物。

[1378] (染料组合物制造例25)

[1379] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物30g溶解于水50g中。向其中添加20g的合成例20中得到的化合物C-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.24 μm 、浓度20质量%的化合物C-4染料组合物。

[1380] (染料组合物制造例26)

[1381] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水60g中,接着溶解二乙二醇10g。向其中添加20g的合成例20中得到的化合物C-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.20 μm 、浓度20质量%的化合物C-4染料组合物。

[1382] (染料组合物制造例27)

[1383] 将作为分散剂的三苯乙烯化苯酚-环氧乙烷50摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例20中得到的化合物C-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.25 μm 、浓度为20质量%的化合物C-4染料组合物。

[1384] (染料组合物制造例28)

[1385] 将作为分散剂的三苄基苯酚-环氧乙烷23摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例20中得到的化合物C-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.24 μm 、浓度为20质量%的化合物C-4染料组合物。

[1386] (染料组合物制造例29)

[1387] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例19中得到的化合物C-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.25 μm 、浓度为20质量%的化合物C-3染料组合物。

[1388] (染料组合物制造例30)

[1389] 将作为分散剂的三苯乙烯化苯酚-环氧乙烷50摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例19中得到的化合物C-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.26 μm 、浓度为20质量%的化合物C-3染料组合物。

[1390] (染料组合物制造例31)

[1391] 将作为分散剂的三苄基苯酚-环氧乙烷23摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例19中得到的化合物C-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.25 μm 、浓度为20质量%的化合物C-3染料组合物。

[1392] (染料组合物制造例32)

[1393] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水50g中,接着溶解乙二醇10g。向其中添加20g的合成例19中得到的化合物C-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.24 μm 、浓度为20质量%的化合物C-3染料组合物。

[1394] (染料组合物制造例33)

[1395] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例17中得到的化合物C-1并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.20 μm 、浓度为20质量%的化合物C-1染料组合物。

[1396] (染料组合物制造例34)

[1397] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水70g中。向其中添加20g的合成例26中得到的化合物D-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.10 μm 、浓度为20质量%的化合物D-3染料组合物。

[1398] (染料组合物制造例35)

[1399] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水60g中,接着溶解二丙二醇10g。向其中添加20g的合成例26中得到的化合物D-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.10 μm 、浓度为20质量%的化合物D-3染料组合物。

[1400] (染料组合物制造例36)

[1401] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水70g中。向其中添加20g的合成例24中得到的化合物D-1并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.27 μm 、浓度20质量%的化合物D-1染料组合物。

[1402] (染料组合物制造例37)

[1403] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水70g中。向其中添加20g的合成例32中得到的化合物D-6并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.12 μm 、浓度为20质量%的化合物D-6染料组合物。

[1404] (染料组合物制造例38)

[1405] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水60g中,接着溶解乙二醇10g。向其中添加20g的合成例32中得到的化合物D-6并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.10 μm 、浓度为20质量%的化合物D-6染料组合物。

[1406] (染料组合物制造例39)

[1407] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水70g中。向其中添加20g的合成例31中得到的化合物D-5并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.26 μm 、浓度为20质量%的化合物D-5染料组合物。

[1408] (染料组合物制造例40)

[1409] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水70g中。向其中添加20g的合成例30中得到的化合物D-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.13 μm 、浓度为20质量%的化合物D-4染料组合物。

[1410] (染料组合物制造例41)

[1411] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物4g溶解于水76g中。向其中添加20g的合成例30中得到的化合物D-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.20 μm 、浓度为20质量%的化合物D-4染料组合物。

[1412] (染料组合物制造例42)

[1413] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例30中得到的化合物D-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.11 μm 、浓度为20质量%的化合物D-4染料组合物。

[1414] (染料组合物制造例43)

[1415] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水60g中,接着溶解丙二醇10g。向其中添加20g的合成例30中得到的化合物D-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.13 μm 、浓度为20质量%的化合物D-4染料组合物。

[1416] (染料组合物制造例44)

[1417] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷58摩尔加成物10g溶解于水70g中。向其中添加20g的合成例30中得到的化合物D-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.15 μm 、浓度为20质量%的化合物D-4染料组合物。

[1418] (染料组合物制造例45)

[1419] 将作为分散剂的三苯乙烯化苯酚-环氧乙烷50摩尔加成物10g溶解于水70g中。向其中添加20g的合成例30中得到的化合物D-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.15 μm 、浓度为20质量%的化合物D-4染料组合物。

[1420] (染料组合物制造例46)

[1421] 将作为分散剂的三苊基苯酚-环氧乙烷23摩尔加成物10g溶解于水70g中。向其中添加20g的合成例30中得到的化合物D-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒

径为0.18 μm 、浓度为20质量%的化合物D-4染料组合物。

[1422] (染料组合物制造例47)

[1423] 将作为分散剂的三苄基苯酚-环氧乙烷40摩尔加成物10g溶解于水70g中。向其中添加20g的合成例30中得到的化合物D-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.16 μm 、浓度为20质量%的化合物D-4染料组合物。

[1424] (染料组合物制造例48)

[1425] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水70g中。向其中添加20g的合成例27中得到的化合物G-1并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.23 μm 、浓度为20质量%的化合物G-1染料组合物。

[1426] (染料组合物制造例49)

[1427] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水60g中,接着溶解聚乙二醇(平均分子量400)10g。向其中添加20g的合成例27中得到的化合物G-1并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.30 μm 、浓度为20质量%的化合物G-1染料组合物。

[1428] (染料组合物制造例50)

[1429] 将作为分散剂的萘磺酸钠的甲醛缩合物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例5中得到的化合物A-5并进行搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化,并且无法获得染料组合物。

[1430] (染料组合物制造例51)

[1431] 将作为分散剂的木素磺酸钠20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例5中得到的化合物A-5并进行搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化,并且无法获得染料组合物。

[1432] (染料组合物制造例52)

[1433] 将作为分散剂的三苯乙烯化苯酚-环氧乙烷29摩尔加成物的硫酸酯钠盐20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例5中得到的化合物A-5并进行搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化,并且无法获得染料组合物。

[1434] (染料组合物制造例53)

[1435] 将作为分散剂的萘磺酸钠的甲醛缩合物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例11中得到的化合物B-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化,并且无法获得染料组合物。

[1436] (染料组合物制造例54)

[1437] 将作为分散剂的木素磺酸钠20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例11中得

到的化合物B-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化,并且无法获得染料组合物。

[1438] (染料组合物制造例55)

[1439] 将作为分散剂的三苯乙烯化苯酚-环氧乙烷29摩尔加成物的硫酸酯钠盐20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例11中得到的化合物B-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化,并且无法获得染料组合物。

[1440] (染料组合物制造例56)

[1441] 将作为分散剂的萘磺酸钠的甲醛缩合物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例20中得到的化合物C-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化。

[1442] (染料组合物制造例57)

[1443] 将作为分散剂的杂酚油磺酸钠的甲醛缩合物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例20中得到的化合物C-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化。

[1444] (染料组合物制造例58)

[1445] 将作为分散剂的木素磺酸钠20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例20中得到的化合物C-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化,并且无法获得染料组合物。

[1446] (染料组合物制造例59)

[1447] 将作为分散剂的萘磺酸钠的甲醛缩合物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例19中得到的化合物C-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化。

[1448] (染料组合物制造例60)

[1449] 将作为分散剂的杂酚油磺酸钠的甲醛缩合物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例19中得到的化合物C-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化。

[1450] (染料组合物制造例61)

[1451] 将作为分散剂的木素磺酸钠20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例19中得到的化合物C-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化,并且无法获得染料组合物。

[1452] (染料组合物制造例62)

[1453] 将作为分散剂的三苯乙烯化苯酚-环氧乙烷29摩尔加成物的硫酸酯钠盐20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例19中得到的化合物C-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化,并且无法获得染料组合物。

[1454] (染料组合物制造例63)

[1455] 将作为分散剂的杂酚油磺酸钠的甲醛缩合物10g及木素磺酸钠10g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例24中得到的化合物D-1并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化,并且无法获得染料组合物。

[1456] (染料组合物制造例64)

[1457] 将作为分散剂的萘磺酸钠的甲醛缩合物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例30中得到的化合物D-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化。

[1458] (染料组合物制造例65)

[1459] 将作为分散剂的甲基萘磺酸钠的甲醛缩合物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例30中得到的化合物D-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化。

[1460] (染料组合物制造例66)

[1461] 将作为分散剂的木素磺酸钠20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例30中得到的化合物D-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化。

[1462] (染料组合物制造例67)

[1463] 将作为分散剂的萘磺酸钠的甲醛缩合物10g及木素磺酸钠10g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例27中得到的化合物G-1并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机尝试了微粒分散化处理。但是,无法进行微粒分散化,并且无法获得染料组合物。

[1464] (染料组合物制造例68)

[1465] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例60中得到的化合物A-13并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.15 μm 、浓度为20质量%的化合物A-13染料组合物。

[1466] (染料组合物制造例69)

[1467] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例69中得到的化合物A-17并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.17 μm 、浓度为20质量%的化合物A-17染料组合物。

[1468] (染料组合物制造例70)

[1469] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例2中得到的化合物A-2并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.19 μm 、浓度为20质量%的化合物A-2染料组合物。

[1470] (染料组合物制造例71)

[1471] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水60g中。向

其中添加20g的合成例66中得到的化合物A-16并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.18 μm 、浓度为20质量%的化合物A-16染料组合物。

[1472] (染料组合物制造例72)

[1473] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例10中得到的化合物B-2并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.19 μm 、浓度为20质量%的化合物B-2染料组合物。

[1474] (染料组合物制造例73)

[1475] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例67中得到的化合物C-19并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.23 μm 、浓度为20质量%的化合物C-19染料组合物。

[1476] (染料组合物制造例74)

[1477] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物20g溶解于水60g中。向其中添加20g的合成例68中得到的化合物C-20并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.24 μm 、浓度为20质量%的化合物C-20染料组合物。

[1478] (染料组合物制造例75)

[1479] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物10g溶解于水70g中。向其中添加20g的合成例65中得到的化合物D-13并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行20小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.13 μm 、浓度为20质量%的化合物D-13染料组合物。

[1480] (染料组合物制造例76)

[1481] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物4g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物10g溶解于水66g中。向其中添加20g的合成例60中得到的化合物A-13并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.16 μm 、浓度为20质量%的化合物A-13染料组合物。

[1482] (染料组合物制造例77)

[1483] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物4g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物10g溶解于水66g中。向其中添加20g的合成例5中得到的化合物A-5并进行搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.17 μm 、浓度为20质量%的化合物A-5染料组合物。

[1484] (染料组合物制造例78)

[1485] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物4g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物10g溶解于水66g中。向其中添加20g的合成例5中得到的化合物A-5并进行搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立

式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为 $0.15\mu\text{m}$ 、浓度为20质量%的化合物A-5染料组合物。

[1486] (染料组合物制造例79)

[1487] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物4g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物10g溶解于水66g中。向其中添加20g的合成例3中得到的化合物A-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为 0.3mm 的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为 $0.15\mu\text{m}$ 、浓度为20质量%的化合物A-3染料组合物。

[1488] (染料组合物制造例80)

[1489] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷58摩尔加成物4g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物10g溶解于水66g中。向其中添加20g的合成例3中得到的化合物A-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为 0.3mm 的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为 $0.15\mu\text{m}$ 、浓度为20质量%的化合物A-3染料组合物。

[1490] (染料组合物制造例81)

[1491] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物4g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物10g溶解于水66g中。向其中添加20g的合成例2中得到的化合物A-2并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为 0.3mm 的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为 $0.18\mu\text{m}$ 、浓度为20质量%的化合物A-2染料组合物。

[1492] (染料组合物制造例82)

[1493] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物8g及氧乙烯(360摩尔)-氧丙烯(70摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例4中得到的化合物A-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为 0.3mm 的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为 $0.18\mu\text{m}$ 、浓度为20质量%的化合物A-4染料组合物。

[1494] (染料组合物制造例83)

[1495] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷58摩尔加成物8g及氧乙烯(360摩尔)-氧丙烯(70摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例1中得到的化合物A-1并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为 0.3mm 的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为 $0.20\mu\text{m}$ 、浓度为20质量%的化合物A-1染料组合物。

[1496] (染料组合物制造例84)

[1497] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物8g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例12中得到的化合物B-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为 0.3mm 的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为 $0.22\mu\text{m}$ 、浓度为20质量%的化合物B-4染料组合物。

[1498] (染料组合物制造例85)

[1499] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物8g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例11中得到的化合物B-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.19 μm 、浓度为20质量%的化合物B-3染料组合物。

[1500] (染料组合物制造例86)

[1501] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物4g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物10g溶解于水66g中。向其中添加20g的合成例10中得到的化合物B-2并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.23 μm 、浓度为20质量%的化合物B-2染料组合物。

[1502] (染料组合物制造例87)

[1503] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物8g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例10中得到的化合物B-2并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.22 μm 、浓度为20质量%的化合物B-2染料组合物。

[1504] (染料组合物制造例88)

[1505] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷58摩尔加成物8g及氧乙烯(360摩尔)-氧丙烯(70摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例9中得到的化合物B-1并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.20 μm 、浓度为20质量%的化合物B-1染料组合物。

[1506] (染料组合物制造例89)

[1507] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物8g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例48中得到的化合物B-10并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.24 μm 、浓度为20质量%的化合物B-10染料组合物。

[1508] (染料组合物制造例90)

[1509] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物4g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物10g溶解于水66g中。向其中添加20g的合成例20中得到的化合物C-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.24 μm 、浓度为20质量%的化合物C-4染料组合物。

[1510] (染料组合物制造例91)

[1511] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物8g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例20中得到的化合物C-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠

磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为 $0.23\mu\text{m}$ 、浓度为20质量%的化合物C-4染料组合物。

[1512] (染料组合物制造例92)

[1513] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物4g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物10g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例19中得到的化合物C-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为 0.3mm 的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为 $0.25\mu\text{m}$ 、浓度为20质量%的化合物C-3染料组合物。

[1514] (染料组合物制造例93)

[1515] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物8g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例19中得到的化合物C-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为 0.3mm 的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为 $0.25\mu\text{m}$ 、浓度为20质量%的化合物C-3染料组合物。

[1516] (染料组合物制造例94)

[1517] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物8g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例18中得到的化合物C-2并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为 0.3mm 的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为 $0.22\mu\text{m}$ 、浓度为20质量%的化合物C-2染料组合物。

[1518] (染料组合物制造例95)

[1519] 将作为分散剂的三苯乙烯化苯酚-环氧乙烷50摩尔加成物8g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例17中得到的化合物C-1并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为 0.3mm 的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为 $0.20\mu\text{m}$ 、浓度为20质量%的化合物C-1染料组合物。

[1520] (染料组合物制造例96)

[1521] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物4g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例68中得到的化合物C-20并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为 0.3mm 的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为 $0.18\mu\text{m}$ 、浓度为20质量%的化合物C-20染料组合物。

[1522] (染料组合物制造例97)

[1523] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物8g及氧乙烯(160摩尔)-氧丙烯(60摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例26中得到的化合物D-3并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为 0.3mm 的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为 $0.14\mu\text{m}$ 、浓度为20质量%的化合物D-3染料组合物。

[1524] (染料组合物制造例98)

[1525] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物8g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例24中得到的化合物D-1并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.23 μm 、浓度为20质量%的化合物D-1染料组合物。

[1526] (染料组合物制造例99)

[1527] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物8g及氧乙烯(160摩尔)-氧丙烯(60摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例32中得到的化合物D-6并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.14 μm 、浓度为20质量%的化合物D-6染料组合物。

[1528] (染料组合物制造例100)

[1529] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物8g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例31中得到的化合物D-5并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.24 μm 、浓度为20质量%的化合物D-5染料组合物。

[1530] (染料组合物制造例101)

[1531] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物4g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物10g溶解于水66g中。向其中添加20g的合成例65中得到的化合物D-13并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.18 μm 、浓度为20质量%的化合物D-13染料组合物。

[1532] (染料组合物制造例102)

[1533] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物4g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物10g溶解于水66g中。向其中添加20g的合成例30中得到的化合物D-4并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.20 μm 、浓度为20质量%的化合物D-4染料组合物。

[1534] (染料组合物制造例103)

[1535] 将作为分散剂的三苄基苯酚-环氧乙烷40摩尔加成物8g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例33中得到的化合物E-1并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.24 μm 、浓度为20质量%的化合物E-1染料组合物。

[1536] (染料组合物制造例104)

[1537] 将作为分散剂的三苄基苯酚-环氧乙烷23摩尔加成物8g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例29中得到的化合物F-1并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机

进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.24 μm 、浓度为20质量%的化合物F-1染料组合物。

[1538] (染料组合物制造例105)

[1539] 将作为分散剂的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷24摩尔加成物8g及氧乙烯(300摩尔)-氧丙烯(55摩尔)共聚物8g溶解于水64g中。向其中添加20g的合成例27中得到的化合物G-1并搅拌,制备了水系浆料。相对于该水系浆料,使用直径为0.3mm的玻璃珠200g,利用立式珠磨机进行24小时微粒分散化处理,得到体积中值粒径为0.23 μm 、浓度为20质量%的化合物G-1染料组合物。

[1540] (染料组合物制造例106)

[1541] 在染料组合物制造例76中记载的浓度为20质量%的化合物A-13染料组合物50g中添加强酸硫酸的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物A-13的粉体状的染料组合物。

[1542] (染料组合物制造例107)

[1543] 在染料组合物制造例77中记载的浓度为20质量%的化合物A-5染料组合物50g中添加强酸硫酸的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物A-5的粉体状的染料组合物。

[1544] (染料组合物制造例108)

[1545] 在染料组合物制造例77中记载的浓度为20质量%的化合物A-5染料组合物50g中添加强酸硫酸的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物A-5的粉体状的染料组合物。

[1546] (染料组合物制造例109)

[1547] 在染料组合物制造例77中记载的浓度为20质量%的化合物A-5染料组合物50g中添加强酸硫酸的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物A-5的粉体状的染料组合物。

[1548] (染料组合物制造例110)

[1549] 在染料组合物制造例77中记载的浓度为20质量%的化合物A-5染料组合物50g中添加强酸硫酸33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物A-5的粉体状的染料组合物。

[1550] (染料组合物制造例111)

[1551] 在染料组合物制造例79中记载的浓度为20质量%的化合物A-3染料组合物50g中添加强酸硫酸的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物A-3的粉体状的染料组合物。

[1552] (染料组合物制造例112)

[1553] 在染料组合物制造例79中记载的浓度为20质量%的化合物A-3染料组合物50g中添加强酸硫酸的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物A-3的粉体状的染料组合物。

[1554] (染料组合物制造例113)

[1555] 在染料组合物制造例81中记载的浓度为20质量%的化合物A-2染料组合物50g中添加强酸硫酸的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处

理,得到浓度为20质量%的化合物A-2的粉体状的染料组合物。

[1556] (染料组合物制造例114)

[1557] 在染料组合物制造例85中记载的浓度为20质量%的化合物B-3染料组合物50g中添加萘磺酸钠的甲醛缩合物32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物B-3的粉体状的染料组合物。

[1558] (染料组合物制造例115)

[1559] 在染料组合物制造例87中记载的浓度为20质量%的化合物B-2染料组合物50g中添加萘磺酸钠的甲醛缩合物32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物B-2的粉体状的染料组合物。

[1560] (染料组合物制造例116)

[1561] 在染料组合物制造例87中记载的浓度为20质量%的化合物B-2染料组合物50g中添加甲基萘磺酸钠的甲醛缩合物32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物B-2的粉体状的染料组合物。

[1562] (染料组合物制造例117)

[1563] 在染料组合物制造例87中记载的浓度为20质量%的化合物B-2染料组合物50g中添加木素磺酸钠32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物B-2的粉体状的染料组合物。

[1564] (染料组合物制造例118)

[1565] 在染料组合物制造例88中记载的浓度为20质量%的化合物B-1染料组合物50g中添加萘磺酸钠的甲醛缩合物32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物B-1的粉体状的染料组合物。

[1566] (染料组合物制造例119)

[1567] 在染料组合物制造例89中记载的浓度为20质量%的化合物B-10染料组合物50g中添加萘磺酸钠的甲醛缩合物32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物B-10的粉体状的染料组合物。

[1568] (染料组合物制造例120)

[1569] 在染料组合物制造例90中记载的浓度为20质量%的化合物C-4染料组合物50g中添加萘磺酸钠的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物C-4的粉体状的染料组合物。

[1570] (染料组合物制造例121)

[1571] 在染料组合物制造例90中记载的浓度为20质量%的化合物C-4染料组合物50g中添加甲基萘磺酸钠的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物C-4的粉体状的染料组合物。

[1572] (染料组合物制造例122)

[1573] 在染料组合物制造例90中记载的浓度为20质量%的化合物C-4染料组合物50g中添加杂酚油磺酸钠的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物C-4的粉体状的染料组合物。

[1574] (染料组合物制造例123)

[1575] 在染料组合物制造例90中记载的浓度为20质量%的化合物C-4染料组合物50g中

添加木素磺酸钠33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物C-4的粉体状的染料组合物。

[1576] (染料组合物制造例124)

[1577] 在染料组合物制造例92中记载的浓度为20质量%的化合物C-3染料组合物50g中添加萘磺酸钠的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物C-3的粉体状的染料组合物。

[1578] (染料组合物制造例125)

[1579] 在染料组合物制造例92中记载的浓度为20质量%的化合物C-3染料组合物50g中添加甲基萘磺酸钠的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物C-3的粉体状的染料组合物。

[1580] (染料组合物制造例126)

[1581] 在染料组合物制造例96中记载的浓度为20质量%的化合物C-20染料组合物50g中添加萘磺酸钠的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物C-20的粉体状的染料组合物。

[1582] (染料组合物制造例127)

[1583] 在染料组合物制造例96中记载的浓度为20质量%的化合物C-20染料组合物50g中添加杂酚油磺酸钠的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物C-20的粉体状的染料组合物。

[1584] (染料组合物制造例128)

[1585] 在染料组合物制造例98中记载的浓度为20质量%的化合物D-1染料组合物50g中添加萘磺酸钠的甲醛缩合物32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物D-1的粉体状的染料组合物。

[1586] (染料组合物制造例129)

[1587] 在染料组合物制造例98中记载的浓度为20质量%的化合物D-1染料组合物50g中添加甲基萘磺酸钠的甲醛缩合物32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物D-1的粉体状的染料组合物。

[1588] (染料组合物制造例130)

[1589] 在染料组合物制造例98中记载的浓度为20质量%的化合物D-1染料组合物50g中添加木素磺酸钠32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物D-1的粉体状的染料组合物。

[1590] (染料组合物制造例131)

[1591] 在染料组合物制造例100中记载的浓度为20质量%的化合物D-5染料组合物50g中添加萘磺酸钠的甲醛缩合物32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物D-5的粉体状的染料组合物。

[1592] (染料组合物制造例132)

[1593] 在染料组合物制造例100中记载的浓度为20质量%的化合物D-5染料组合物50g中添加甲基萘磺酸钠的甲醛缩合物32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物D-5的粉体状的染料组合物。

[1594] (染料组合物制造例133)

[1595] 在染料组合物制造例100中记载的浓度为20质量%的化合物D-5染料组合物50g中添加木素磺酸钠32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物D-5的粉体状的染料组合物。

[1596] (染料组合物制造例134)

[1597] 在染料组合物制造例101中记载的浓度为20质量%的化合物D-13染料组合物50g中添加萘磺酸钠的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物D-13的粉体状的染料组合物。

[1598] (染料组合物制造例135)

[1599] 在染料组合物制造例102中记载的浓度为20质量%的化合物D-4染料组合物50g中添加萘磺酸钠的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物D-4的粉体状的染料组合物。

[1600] (染料组合物制造例136)

[1601] 在染料组合物制造例102中记载的浓度为20质量%的化合物D-4染料组合物50g中添加萘磺酸钠的甲醛缩合物33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物D-4的粉体状的染料组合物。

[1602] (染料组合物制造例137)

[1603] 在染料组合物制造例102中记载的浓度为20质量%的化合物D-4染料组合物50g中添加木素磺酸钠33g及水17g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物D-4的粉体状的染料组合物。

[1604] (染料组合物制造例138)

[1605] 在染料组合物制造例103中记载的浓度为20质量%的化合物E-1染料组合物50g中添加木素磺酸钠32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物E-1的粉体状的染料组合物。

[1606] (染料组合物制造例139)

[1607] 在染料组合物制造例104中记载的浓度为20质量%的化合物F-1染料组合物50g中添加萘磺酸钠的甲醛缩合物32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物F-1的粉体状的染料组合物。

[1608] (染料组合物制造例140)

[1609] 在染料组合物制造例105中记载的浓度为20质量%的化合物G-1染料组合物50g中添加萘磺酸钠的甲醛缩合物32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物G-1的粉体状的染料组合物。

[1610] (染料组合物制造例141)

[1611] 在染料组合物制造例105中记载的浓度为20质量%的化合物G-1染料组合物50g中添加杂酚油磺酸钠的甲醛缩合物32g及水18g并搅拌20分钟。将该染料分散液进行喷雾干燥处理,得到浓度为20质量%的化合物G-1的粉体状的染料组合物。

[1612] 用于将本发明的化合物制成染料组合物的分散剂为染料组合物制造例1至49及68至105中记载的二苯乙烯化苯酚-环氧乙烷加成物、三苯乙烯化苯酚-环氧乙烷加成物、三苄基苯酚-环氧乙烷加成物、氧乙烯-氧丙烯共聚物等非离子系分散剂是有效的。

[1613] 另一方面,就染料组合物制造例50至67中记载的萘磺酸钠的甲醛缩合物、杂酚油

磺酸钠的甲醛缩合物、木素磺酸钠等阴离子系分散剂单独而言,无法将本发明的化合物制成所期望的粒径(体积中值粒径为 $1.0\mu\text{m}$ 以下)的染料组合物。

[1614] <染色例>

[1615] (聚丙烯纤维的浸染1)

[1616] 仅使用表3~9中记载的化合物的染料组合物或表3~9中所示的以往在聚酯纤维等的染色中使用的分散染料化合物等的染料组合物中的1种通过浸染法进行了聚丙烯纤维的染色。

[1617] (染色例P1)

[1618] 在染料组合物制造例1中得到的蓝色化合物A-5的染料组合物(染料浓度20质量%)1.5g中添加水及乙酸,制备了总量为2000g、pH4.5的染浴。将聚丙烯纤维100g浸渍于上述染浴中,在 120°C 下进行40分钟染色(0.3%o.m.f.),之后,充分进行水洗、干燥,从而得到蓝色聚丙烯纤维染色物。

[1619] (染色例P2至P22)

[1620] 除了将染色例P1中记载的蓝色化合物A-5的染料组合物变更为表10~14的化合物的染料组合物以外,通过与染色例P1同样的染色步骤而得到染色聚丙烯纤维染色物。

[1621] (染色例P26)

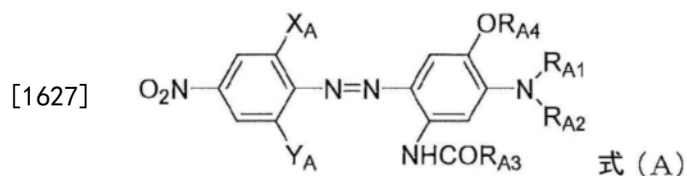
[1622] 在染料组合物制造例106中得到的蓝色化合物A-13的粉体状的染料组合物(染料浓度20质量%)5.0g中添加水95g并进行搅拌而制成染料分散液。在该染料分散液中添加水及乙酸,制备了总量为2000g、pH4.5的染浴。将聚丙烯纤维100g浸渍于上述染浴中,在 130°C 下进行60分钟染色(1.0%o.m.f.),之后,进行还原洗涤、水洗、干燥,从而得到蓝色聚丙烯纤维染色物。

[1623] (染色例P27至P37)

[1624] 除了将染色例P26中记载的蓝色化合物A-13的粉体状的染料组合物变更为表10~14的化合物的粉体状的染料组合物以外,通过与染色例P26同样的染色步骤得到染色聚丙烯纤维染色物。

[1625] 将染色例P1至P22、染色例P26至P37中使用的化合物示于表10~14中。

[1626] 表10



[1628]

染色例	化合物	X _A	Y _A	R _{A1}	R _{A2}	R _{A3}	R _{A4}
P2	A-3	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	CH ₃
P1	A-5	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃	CH ₃
P3	A-X3	NO ₂	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃
P26	A-13	NO ₂	Br	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	CH ₃	CH ₃
P27	A-3	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	CH ₃
P28	A-2	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉	CH ₃

[1629] 表11

[1630]

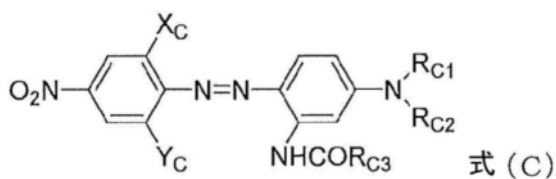


[1631]

染色例	化合物	R _{B1}	R _{B2}	R _{B3}
P6	B-1	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
P5	B-3	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
P4	B-4	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
P7	B-10	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	-CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉
P8	B-X1	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₄ OCH ₃	CH ₃
P29	B-3	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
P30	B-2	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉
P31	B-10	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	-CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉

[1632] 表12

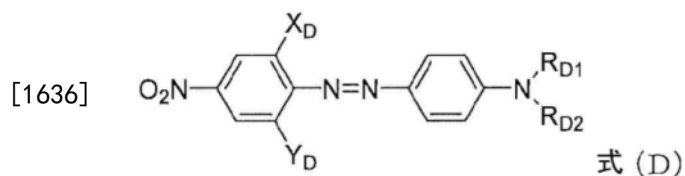
[1633]



[1634]

染色例	化合物	X _C	Y _C	R _{C1}	R _{C2}	R _{C3}
P11	C-1	C1	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
P10	C-3	C1	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
P9	C-4	C1	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
P12	C-X2	C1	H	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	C ₂ H ₅
P32	C-4	C1	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
P33	C-3	C1	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
P34	C-20	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃

[1635] 表13



[1637]

染色例	化合物	X _D	Y _D	R _{D1}	R _{D2}
P14	D-1	Cl	Cl	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
P13	D-3	Cl	Cl	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉
P17	D-4	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
P16	D-5	Br	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
P15	D-6	Br	Br	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉
P18	D-X1	Cl	Cl	C ₂ H ₄ CN	C ₂ H ₄ CN
P19	D-X2	Br	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ CN
P20	D-X3	H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ CN
P35	D-13	H	H	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃
P36	D-4	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇

[1638] 表14



[1640]

染色例	化合物	R _G
P21	G-1	-CH(C ₆ H ₁₃)C ₈ H ₁₇
P22	G-X5	C ₃ H ₇
P37	G-1	-CH(C ₆ H ₁₃)C ₈ H ₁₇

[1641] 对于染色例中得到的聚丙烯纤维染色物,进行了染色性评价、耐光坚牢度试验、升华坚牢度试验、洗涤坚牢度试验、汗坚牢度试验、摩擦坚牢度试验及相对于热压的坚牢度试验。

[1642] (1) 染色性评价

[1643] 染色性根据通过染色布的测色而得到的TotalK/S值来进行评价。染色布的测色是使用积分球分光光度计Color-Eye 5(GretagMacbeth公司制),在白色纸上糊上染色布,以观察光源D65、2度视场来进行。

[1644] (2) 耐光坚牢度试验

[1645] 耐光坚牢度试验通过依据JIS L0842:2004的紫外线碳弧灯法来进行。试验方法的概略如下所述。使用紫外线Fade Meter U48(Suga Test Instruments株式会社制),在黑板温度63±3℃的条件下,对染色布进行20小时曝光后,进行了变褪色的判定。

[1646] (3) 升华坚牢度试验

[1647] 升华坚牢度试验通过依据JIS L0854:2013的方法来进行。试验方法的概略如下所述。将染色布夹持于尼龙布中,在12.5kPa的载荷下、120±2℃下保持80分钟后,进行了变褪

色及对尼龙布的污染的判定。

[1648] (4) 洗涤坚牢度试验

[1649] 洗涤坚牢度试验通过依据JIS L0844:2011 (A-2号)的方法来进行。试验方法的概略如下所述。在染色布上添附多纤维交织布,在肥皂的存在下、 $50\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的条件下进行30分钟洗涤,进行了变褪色及对多纤维交织布的棉部分和尼龙部分的污染的判定。此外进行了洗涤后的残液的污染的判定。

[1650] (5) 汗坚牢度试验

[1651] 汗坚牢度试验通过依据JIS L0848:2004的方法来进行。试验方法的概略如下所述。在染色布上添附多纤维交织布,在酸性人工汗液或碱性人工汗中浸渍30分钟后,在12.5kPa的载荷下、在 $37\pm 2^{\circ}\text{C}$ 下保持4小时后,在 60°C 以下进行干燥,进行了变褪色及对多纤维交织布的棉部分和尼龙部分的污染的判定。

[1652] (6) 摩擦坚牢度试验

[1653] 摩擦坚牢度试验通过依据JIS L0849:2013的方法来进行。试验方法的概略如下所述。使用摩擦坚牢度试验机RT-300((株)大荣科学精器制作所制),对染色布用干燥状态的棉布或湿润状态的棉布施加2N的载荷而进行100次往复摩擦,进行了对棉布的着色的判定。

[1654] (7) 相对于热压的坚牢度试验

[1655] 相对于热压的坚牢度试验通过依据JIS L0850:2015 (A-2号干燥)的方法来进行。试验方法概略如下所述。在棉布上重叠染色布,通过 150°C 的加热板在 $4\pm 1\text{kPa}$ 的载荷下、保持15秒钟后,进行了变褪色及对棉布的污染的判定。

[1656] 将式(A)的化合物的染色例的评价结果示于表15中。

[1657] 表15

[1658]

染色例		P1	P2	P3	P26	P27	P28
合成例		5	3	—	60	3	2
染料化合物		A-5	A-3	A-X3	A-13	A-3	A-2
染料组合物制造例		1	8	—	106	111	113
X _A		NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂
Y _A		Br	Br	Br	Br	Br	Br
R _{A1}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{A2}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{A3}		CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉
R _{A4}		CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃
染料化合物		0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	1.0% o.m.f.	1.0% o.m.f.	1.0% o.m.f.
染色性	Total K/S	110	111	23	134	176	190
耐光坚牢度		低于3级	低于3级	未评价	3	低于3级	低于3级
升华坚牢度		4-5	4-5	未评价	4-5	4-5	4
洗涤坚牢度	变褪色	5	5	未评价	5	4-5	5
	污染 棉	4-5	5	未评价	5	5	5
	污染 尼龙	5	5	未评价	5	5	5
	残液污染	4	4-5	未评价	4	4	4
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	5	未评价	5	5	5
	污染 棉	5	5	未评价	5	5	5
	污染 尼龙	5	5	未评价	5	5	5
	变褪色	5	5	未评价	5	5	5
汗坚牢度 (碱性)	污染 棉	5	5	未评价	5	5	5
	污染 尼龙	5	5	未评价	5	5	5
	干式	3	4	未评价	3-4	4-5	4
	湿式	3	3-4	未评价	3-4	4-5	4-5
摩擦坚牢度		3	4	未评价	3-4	4-5	4
热压		5	5	未评价	5	5	5

[1659] 关于式(A)的化合物的染色性,染色例P1、P2及P26至P28中使用的R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}分别独立地为碳数为1至14的烷基(其中,R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的染色性良好。染色例P3中使用的以往在聚酯纤维等的染色中使用的分散染料即R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}的全部为碳数为3以下的烷基的化合物的染色性不良。

[1660] 此外,关于式(A)的化合物的各坚牢度,染色例P1、P2及P26至P28中使用的R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}分别独立地为碳数为1至14的烷基(其中,R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的升华坚牢度、洗涤坚牢度、汗坚牢度、摩擦坚牢度及相对于热压的坚牢度良好。

[1661] 将式(B)的化合物的染色例的评价结果示于表16中。

[1662] 表16

[1663]

染色例		P4	P5	P8	P29	P30	P31	
合成例		12	11	—	11	10	48	
染料化合物		B-4	B-3	B-X1	B-3	B-2	B-10	
染料组合物 制造例		14	16	—	114	115	119	
R _{B1}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	
R _{B2}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	
R _{B3}		CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉	乙基-戊基	
染料化合物		0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	1.0% o.m.f.	1.0% o.m.f.	1.0% o.m.f.	
染色性	Total K/S	51	79	17	157	184	146	
耐光坚牢度		低于3级	低于3级	未评价	4	4	4	
升华坚牢度		4-5	4-5	未评价	4-5	4-5	5	
洗涤坚牢度	变褪色	4-5	5	未评价	4-5	5	5	
	污染	棉	5	5	未评价	4	4	4-5
		尼龙	4-5	5	未评价	4-5	5	5
	残液污染	4	4-5	未评价	4	4	4	
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	5	未评价	5	5	5	
	污染	棉	5	5	未评价	5	5	5
		尼龙	5	5	未评价	5	5	5
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	5	5	未评价	5	5	5	
	污染	棉	5	5	未评价	5	5	5
		尼龙	5	5	未评价	5	5	5
摩擦坚牢度	干式	2-3	2-3	未评价	2	2	2	
	湿式	3	2-3	未评价	2	2-3	2-3	
热压		5	5	未评价	5	4-5	5	

[1664] 关于式(B)的化合物的染色性,染色例P4至P5及P29至P31中使用的 R_{B1} 、 R_{B2} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中, R_{B1} 、 R_{B2} 及 R_{B3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的染色性良好。染色例P8中使用的以往在聚酯纤维等的染色中使用的分散染料即 R_{B1} 或 R_{B2} 不为碳数为1至14的烷基的化合物的染色性不良。

[1665] 此外,关于式(B)的化合物的各坚牢度,染色例P4至P5及P29至P31中使用的 R_{B1} 、 R_{B2} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中, R_{B1} 、 R_{B2} 及 R_{B3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的耐光坚牢度、升华坚牢度、洗涤坚牢度、汗坚牢度及相对于热压的坚牢度良好。

[1666] 将式(C)的化合物的染色例的评价结果示于表17中。

[1667]

表17

染色例		P10	P12	P32	P33	P34
合成例		19	—	20	19	68
染料化合物		C-3	C-X2	C-4	C-3	C-20
染料组合物制造例		29	—	120	124	126
X _C		Cl	Cl	Cl	Cl	H
Y _C		H	H	H	H	H
R _{C1}		C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ OCOMe	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₆ H ₁₇
R _{C2}		C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ OCOMe	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₆ H ₁₇
R _{C3}		C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃
染料化合物		0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	1.0% o.m.f.	1.0% o.m.f.	1.0% o.m.f.
染色性	Total K/S	73	17	160	176	123
耐光坚牢度		4	未评价	4	6	3-4
升华坚牢度		4	未评价	4	4	4-5
洗涤坚牢度	变褪色 污染	3-4	未评价	4-5	5	5
	棉	5	未评价	5	5	5
	尼龙	5	未评价	5	4-5	4-5
汗坚牢度 (酸性)	残液污染	4	未评价	3-4	3-4	3-4
	变褪色	5	未评价	4-5	5	5
	棉	5	未评价	5	4-5	5
	污染	5	未评价	5	5	5
	尼龙	5	未评价	4-5	5	5
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	5	未评价	5	4-5	5
	棉	5	未评价	5	5	5
	污染	5	未评价	5	5	5
	尼龙	5	未评价	5	5	5
摩擦坚牢度	干式	4	未评价	3	3-4	3-4
	湿式	4	未评价	3-4	3-4	3-4
热压		5	未评价	5	5	5

[1668] 关于式(C)的化合物的染色性,染色例P10及P32至P34中使用的R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中,R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的染色性良好。染色例P12中使用的以往在聚酯纤维等的染色中使用的分散染料即R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}中的至少一个为碳数为3以下的烷基的化合物的染色性不良。

[1669] 此外,关于式(C)的化合物的各坚牢度,R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中,R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物大致良好。

[1670] 此外,关于式(C)的化合物的各坚牢度,染色例P10及P32至P34中使用的R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中,R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的各坚牢度良好。

[1671] 将式(D)的化合物的染色例的评价结果示于表18中。

[1672]

表18

染色例		P13	P14	P15	P16	P17	P18	P19	P20	P35	P36
合成例		26	24	32	31	30	—	—	—	65	30
染料化合物		D-3	D-1	D-6	D-5	D-4	D-X1	D-X2	D-X3	D-13	D-4
染料组合物制造例		34	36	37	39	40	—	—	—	134	135
X ₀		Cl	Cl	Br	Br	H	Cl	Br	H	H	H
Y ₀		Cl	Cl	Br	Br	H	Cl	Br	H	H	H
R _{D1}		C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ CN	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇
R _{D2}		C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ CN	C ₂ H ₄ CN	C ₂ H ₄ CN	C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇
染料化合物		0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	1.0% o.m.f.	1.0% o.m.f.
染色性	Total K/S	41	53	29	52	98	5	8	5	232	243
耐光坚牢度		4-5	3	5	3-4	3-4	未评价	未评价	未评价	5	5
升华坚牢度		2-3	3-4	3	4	3	未评价	未评价	未评价	2	2-3
洗涤坚牢度	变褪色	4	4-5	4	4-5	5	未评价	未评价	未评价	5	5
	棉	4-5	5	5	5	5	未评价	未评价	未评价	4-5	5
	尼龙	4	5	4	5	5	未评价	未评价	未评价	4	4-5
汗坚牢度 (酸性)	残液污染	2-3	4	2-3	4	3	未评价	未评价	未评价	2	2-3
	变褪色	3-4	5	4	5	5	未评价	未评价	未评价	5	5
	棉	5	5	5	5	5	未评价	未评价	未评价	5	5
	尼龙	4-5	5	5	5	5	未评价	未评价	未评价	5	5
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	3-4	5	4	5	5	未评价	未评价	未评价	5	5
	棉	5	5	5	5	5	未评价	未评价	未评价	5	5
	尼龙	4-5	5	5	5	5	未评价	未评价	未评价	5	5
摩擦坚牢度	干式	4-5	4-5	4	5	4-5	未评价	未评价	未评价	4	4-5
	湿式	4	4-5	3-4	4-5	4-5	未评价	未评价	未评价	4	4
热压		4-5	5	5	5	5	未评价	未评价	未评价	5	5

[1673] 关于式(D)的化合物的染色性,染色例P13至P17及P35、P36中使用的R_{D1}及R_{D2}分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中,R_{D1}至R_{D2}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的染色性良好。但是,在染色例P18至P20中使用的以往在聚酯纤维等的染色中使用的分散染料的情况下,为R_{D1}至R_{D2}的烷基各自的碳数为1至3的烷基,其染色性不良。

[1674] 此外,关于式(D)的化合物的各坚牢度,R_{D1}及R_{D2}的碳数越大则越良好。

[1675] 将式 (G) 的化合物的染色例的评价结果示于表19中。

[1676] 表119

[1677]

染色例		P21	P22	P37
合成例		27	—	27
染料化合物		G-1	G-X5	G-1
染料组合物制造例		48	—	140
R _G		己基-壬基	C ₃ H ₇	己基-壬基
染料化合物		0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	1.0% o.m.f.
染色性	Total K/S	20	6	60
耐光坚牢度		3-4	未评价	3
升华坚牢度		4-5	未评价	4-5
洗涤坚牢度	变褪色	5	未评价	5
	污染			
	棉	5	未评价	5
	尼龙	5	未评价	5
	残液污染	4	未评价	3
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	未评价	5
	污染			
	棉	5	未评价	5
	尼龙	5	未评价	5
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	5	未评价	5
	污染			
	棉	5	未评价	5
	尼龙	5	未评价	5
摩擦坚牢度	干式	5	未评价	4-5
	湿式	4-5	未评价	4-5
热压		5	未评价	5

[1678] 关于式 (G) 的化合物的染色性, 染色例P21及P37中使用的R_G为碳数为7或者为10至18的烷基的化合物的染色性良好。染色例P22中使用的以往在聚酯纤维等的染色中使用的分散染料即R_G为碳数为3的烷基的化合物的染色性不良。

[1679] 关于式 (G) 的化合物的各坚牢度, 染色例P21及P37中使用的R_G为碳数为7或者为10至18的烷基的化合物良好。

[1680] (聚丙烯纤维的浸染2)

[1681] 使用混合使用了2种以上表3~9中记载的化合物的染料组合物, 依据染色例P1同样地进行聚丙烯纤维的染色, 对于所得到的聚丙烯纤维染色物, 进行了染色性评价、耐光坚牢度试验、升华坚牢度试验、洗涤坚牢度试验、汗坚牢度试验、摩擦坚牢度试验及相对于热压的坚牢度试验。需要说明的是, 染色性利用通过染色布的测色而得到的TotalK/S值及L*值、a*值、b*值来进行评价。需要说明的是, 染色布的测色是使用积分球分光光度计Color-Eye 5 (GretagMacbeth公司制), 在白色纸上糊上染色布, 以观察光源D65、2度视场来进行。

[1682] 将使用混合使用了2种以上表3~9中记载的化合物的染料组合物而得到的染色例的评价结果示于表20中。

[1683]

表20

染色例		P23	P24	P25	P38	P39	P40
染料化合物 (染料组合物制造例)	A-2 (81)						3.18%o.m.f.
	A-3 (8)	1.40%o.m.f.	1.10%o.m.f.	1.10%o.m.f.			
	A-3 (79)				1.68%o.m.f.	3.23%o.m.f.	
	B-10 (89)				1.68%o.m.f.		
	C-3 (29)	0.10%o.m.f.	0.20%o.m.f.	0.20%o.m.f.			
	C-4 (90)					0.13%o.m.f.	0.18%o.m.f.
	D-1 (36)			0.70%o.m.f.			
	D-4 (40)	0.50%o.m.f.					
	D-4 (102)				0.64%o.m.f.	0.64%o.m.f.	0.64%o.m.f.
	D-5 (39)		0.70%o.m.f.				
染料化合物合计		2.0% o.m.f.	2.0% o.m.f.	2.0% o.m.f.	4.0% o.m.f.	4.0% o.m.f.	4.0% o.m.f.
染色性	L*	24.2	29.1	29.8	20.9	20.5	22.0
	a*	4.7	4.1	4.3	3.7	3.5	2.9
	b*	-6.0	-5.6	-5.3	-2.1	0.6	1.2
	Total K/S	300	213	203	458	501	445
耐光坚牢度		3	4	3-4	5-6	4-5	3-4
升华坚牢度		未评价	未评价	未评价	3-4	3-4	4
洗涤坚牢度	变褪色	4	4-5	4-5	4-5	5	5
	棉	5	4-5	5	4-5	4-5	4
	尼龙	5	5	5	4-5	4	4
	液污染	3-4	3-4	3-4	2	2-3	2-3
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	4-5	4-5	4-5	5	5
	棉	5	5	5	4-5	5	5
	尼龙	5	5	5	4-5	5	4-5
	污染	5	4-5	4-5	4-5	5	5
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	5	5	5	4	4	3
	棉	5	5	5	4	4-5	4-5
	尼龙	5	5	5	4	4-5	4-5
	污染	3-4	3-4	3-4	1-2	2	1-2
摩擦坚牢度	干式	3	3-4	3	2	2-3	2
热压	湿式	3	3-4	3	2	2-3	2
		未评价	未评价	未评价	4-5	5	4-5

[1684] 如表20中所示的那样,在将本发明中得到的橙色染料、红色染料及蓝色染料混合使用的情况下,得到染色性良好、并且各坚牢度也大致良好的黑色染色布。

[1685] (聚乙烯纤维的浸染1)

[1686] 仅使用表3~9中记载的化合物的染料组合物或表3~9中所示的以往在聚酯纤维等的染色中使用的分散染料化合物等的染料组合物中的1种通过浸染法进行了聚乙烯纤维的染色。

[1687] (染色例E1)

[1688] 在染料组合物制造例1中得到的蓝色化合物A-5的染料组合物(染料浓度20质量%)1.5g中添加水及乙酸,制备了总量为2000g、pH4.5的染浴。将聚乙烯纤维100g浸渍于上述染浴中,在100℃下进行40分钟染色(0.3%o.m.f.),之后,充分进行水洗、干燥,从而得到蓝色聚乙烯纤维染色物。

[1689] (染色例E2至E22)

[1690] 除了将染色例E1中记载的蓝色化合物A-5的染料组合物变更为表21~25的化合物的染料组合物以外,通过与染色例E1同样的染色步骤,从而得到聚乙烯纤维染色物。

[1691] (染色例E26)

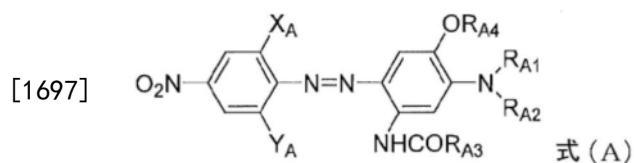
[1692] 在染料组合物制造例106中得到的蓝色化合物A-13的粉体状的染料组合物(染料浓度20质量%)5.0g中添加水95g并进行搅拌而制成染料分散液。在该染料分散液中添加水及乙酸,制备了总量为2000g、pH4.5的染浴。将聚乙烯纤维100g浸渍于上述染浴中,在110℃下进行60分钟染色(1.0%o.m.f.),之后,充分进行水洗、干燥,从而得到蓝色聚丙烯纤维染色物。

[1693] (染色例E27至E37)

[1694] 除了将染色例E26中记载的蓝色化合物A-13的粉体状的染料组合物变更为表21~25的化合物的粉体状的染料组合物以外,通过与染色例E26同样的染色步骤而得到染色聚乙烯纤维染色物。

[1695] 将染色例E1至E22、染色例E26至E37中使用的化合物示于表10~14中。

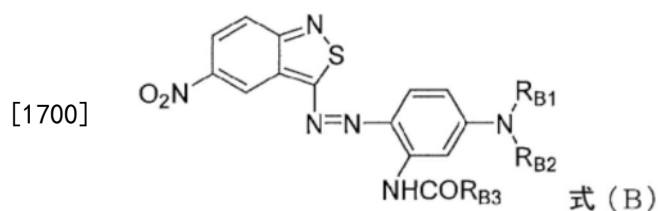
[1696] 表21



[1698]

染色例	化合物	X _A	Y _A	R _{A1}	R _{A2}	R _{A3}	R _{A4}
E2	A-3	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	CH ₃
E1	A-5	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃	CH ₃
E3	A-X3	NO ₂	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃
E26	A-13	NO ₂	Br	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	CH ₃	CH ₃
E27	A-3	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	CH ₃
E28	A-2	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉	CH ₃

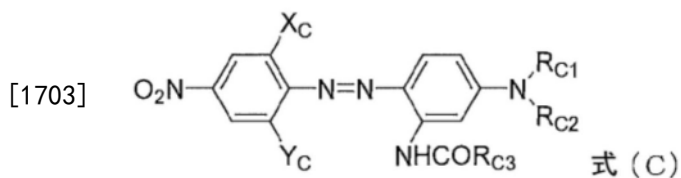
[1699] 表22



[1701]

染色例	化合物	R _{B1}	R _{B2}	R _{B3}
E6	B-1	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
E5	B-3	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
E4	B-4	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
E7	B-10	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	-CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉
E8	B-X1	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₄ OCH ₃	CH ₃
E29	B-3	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
E30	B-2	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉
E31	B-10	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	-CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉

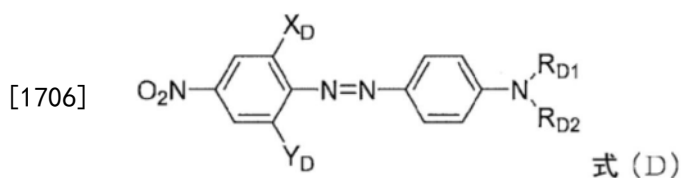
[1702] 表23



[1704]

染色例	化合物	X _C	Y _C	R _{C1}	R _{C2}	R _{C3}
E11	C-1	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
E10	C-3	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
E9	C-4	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
E12	C-X2	Cl	H	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	C ₂ H ₅
E32	C-4	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
E33	C-3	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
E34	C-20	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃

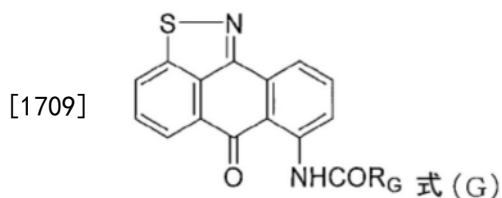
[1705] 表24



[1707]

染色例	化合物	X _D	Y _D	R _{D1}	R _{D2}
E14	D-1	Cl	Cl	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
E13	D-3	Cl	Cl	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉
E17	D-4	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
E16	D-5	Br	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
E15	D-6	Br	Br	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉
E18	D-X1	Cl	Cl	C ₂ H ₄ CN	C ₂ H ₄ CN
E19	D-X2	Br	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ CN
E20	D-X3	H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ CN
E35	D-13	H	H	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃
E36	D-4	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇

[1708] 表25



[1710]

染色例	化合物	R _G
E21	G-1	-CH(C ₆ H ₁₃)C ₈ H ₁₇
E22	G-X5	C ₃ H ₇
E37	G-1	-CH(C ₆ H ₁₃)C ₈ H ₁₇

[1711] 对于染色例中得到的聚乙烯纤维染色物,与上述的(聚丙烯纤维的浸染1)中得到

的聚丙烯纤维染色物同样地进行了染色性评价、耐光坚牢度试验、洗涤坚牢度试验、汗坚牢度试验及摩擦坚牢度试验。

[1712] 将式(A)的化合物的染色例的评价结果示于表26中。

[1713] 表26

[1714]

染色例		E1	E2	E3	E26	E27	E28
合成例		5	3	—	60	3	2
染料化合物		A-5	A-3	A-X3	A-13	A-3	A-2
染料组合物制造例		1	8	—	106	111	113
X _A		NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂
Y _A		Br	Br	Br	Br	Br	Br
R _{A1}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{A2}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{A3}		CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉
R _{A4}		CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃
染料化合物		0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	1.0% o.m.f.	1.0% o.m.f.	1.0% o.m.f.
染色性	Total K/S	101	78	12	71	38	110
耐光坚牢度		低于3级	低于3级	未评价	3-4	低于3级	3
洗涤坚牢度	变褪色	5	5	未评价	4-5	4-5	4-5
	污染						
	棉	5	5	未评价	4	5	5
	尼龙	4-5	5	未评价	4-5	5	5
汗坚牢度 (酸性)	残液污染	4	4	未评价	4	4	4
	变褪色	5	5	未评价	4-5	5	4-5
	污染						
	棉	5	5	未评价	4	5	5
汗坚牢度 (碱性)	尼龙	5	5	未评价	4-5	5	5
	变褪色	5	5	未评价	4-5	5	4-5
	污染						
	棉	5	5	未评价	4	5	5
摩擦坚牢度	尼龙	5	5	未评价	4-5	5	5
	干式	5	5	未评价	2	2	2-3
	湿式	4-5	4-5	未评价	3	3	3-4

[1715] 关于式(A)的化合物的染色性,染色例E1、E2及E26至E28中使用的R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中,R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的染色性良好。染色例E3中使用的以往在聚酯纤维等的染色中使用的分散染料即R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}的全部为碳数为3以下的烷基的化合物的染色性不良。

[1716] 此外,关于式(A)的化合物的各坚牢度,染色例E1、E2及E26至E28中使用的R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}分别独立地为碳数为1至14的烷基(其中,R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的洗涤坚牢度、汗坚牢度及摩擦坚牢度良好。

[1717] 将式(B)的化合物的染色例的评价结果示于表27中。

[1718]

表27

染色例	E4	E5	E8	E29	E30	E31
合成例	12	11	—	11	10	48
染料化合物	B-4	B-3	B-X1	B-3	B-2	B-10
染料组合物制造例	14	16	—	114	115	119
R _{B1}	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{B2}	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{B3}	CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉	乙基-戊基
染料化合物	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	1.0% o.m.f.	1.0% o.m.f.	1.0% o.m.f.
染色性	Total K/S	33	48	63	81	71
耐光坚牢度		3-4	4-5	5	6	6
洗涤坚牢度	变色色	4	5	4	4-5	4-5
	污染	棉	5	5	4-5	4-5
	尼龙	4-5	5	5	5	5
	残液污染	4-5	4-5	4-5	4	4
汗坚牢度 (酸性)	变色色	4-5	5	4-5	5	5
	污染	棉	5	5	4-5	5
	尼龙	5	5	5	5	5
	变色色	4-5	5	4-5	5	5
汗坚牢度 (碱性)	污染	棉	5	5	4-5	5
	尼龙	5	5	5	5	5
	干式	2-3	5	2	1-2	2
	湿式	3	4-5	3-4	3	3
摩擦坚牢度						

[1719] 关于式(B)的化合物的染色性,染色例E4至E5及E29至E31中使用的R_{B1}、R_{B2}分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中,R_{B1}、R_{B2}及R_{B3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的染色性良好。染色例E8中使用的以往在聚酯纤维等的染色中使用的分散染料即R_{B1}或R_{B2}不为碳数为1至14的烷基的化合物的染色性不良。

[1720] 此外,关于式(B)的化合物的各坚牢度,染色例E4至E5及E29至E31中使用的R_{B1}、R_{B2}分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中,R_{B1}、R_{B2}及R_{B3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的耐光坚牢度、洗涤坚牢度、汗坚牢度及摩擦坚牢度大致良好。

[1721] 将式(C)的化合物的染色例的评价结果示于表28中。

[1722]

表28

染色例		E10	E12	E32	E33	E34
合成例		19	—	20	19	68
染料化合物		C-3	C-X2	C-4	C-3	C-20
染料组合物制造例		29	—	120	124	126
X _C		Cl	Cl	Cl	Cl	H
Y _C		H	H	H	H	H
R _{C1}		C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ OCOMe	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{C2}		C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ OCOMe	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{C3}		C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃
染料化合物		0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	1.0% o.m.f.	1.0% o.m.f.	1.0% o.m.f.
染色性	Total K/S	36	9	128	100	78
耐光坚牢度		5	未评价	6	6	6
洗涤坚牢度	变褪色	4-5	未评价	5	5	4-5
	棉	5	未评价	3-4	4	3-4
	尼龙	5	未评价	4-5	4-5	4
	残液污染	3-4	未评价	3-4	3-4	3
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	4-5	未评价	5	5	5
	棉	5	未评价	4	4	4
	尼龙	5	未评价	4-5	4-5	3-4
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	4-5	未评价	5	5	5
	棉	5	未评价	3-4	4	3
	尼龙	5	未评价	4-5	4-5	3-4
摩擦坚牢度	干式	4-5	未评价	2	2-3	2
	湿式	4	未评价	3	3	3

[1723] 关于式 (C) 的化合物的染色性, 染色例E10及E32至E34中使用的R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}分别独立地表示碳数为1至14的烷基 (其中, R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基) 的化合物的染色性良好。染色例E12中使用的以往在聚酯纤维等的染色中使用的分散染料即R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}中的至少一个为碳数为3以下的烷基的化合物的染色性不良。

[1724] 此外, 关于式 (C) 的化合物的各坚牢度, R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}分别独立地表示碳数为1至14的烷基 (其中, R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基) 的化合物的耐光坚牢度、汗坚牢度及摩擦坚牢度大致良好。

[1725] 此外, 关于式 (C) 的化合物的各坚牢度, 染色例E10及E32至E34中使用的R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}分别独立地表示碳数为1至14的烷基 (其中, R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基) 的化合物的各坚牢度良好。

[1726] 将式 (D) 的化合物的染色例的评价结果示于表29中。

[1727]

表29

染色例		E13	E14	E15	E16	E17	E18	E19	E20	E35	E36
合成例		26	24	32	31	30	—	—	—	65	30
染料化合物		D-3	D-1	D-6	D-5	D-4	D-X1	D-X2	D-X3	D-13	D-4
染料组合物制造例		34	36	37	39	40	—	—	—	134	135
X _D		Cl	Cl	Br	Br	H	Cl	Br	H	H	H
Y _D		Cl	Cl	Br	Br	H	Cl	Br	H	H	H
R _{D1}		C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ CN	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇
R _{D2}		C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ CN	C ₂ H ₄ CN	C ₂ H ₄ CN	C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇
染料化合物		0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	1.0% o.m.f.	1.0% o.m.f.
染色性	Total K/S	25	45	15	58	55	5	8	5	153	156
耐光坚牢度	变色	5	5	5	4-5	5	未评价	未评价	未评价	5-6	5
洗涤坚牢度	棉 污染	4	4	4	5	4-5	未评价	未评价	未评价	5	5
	尼龙	4	5	4-5	5	5	未评价	未评价	未评价	4-5	4-5
	残液污染	3-4	4-5	4	5	5	未评价	未评价	未评价	4-5	5
	2	2	3	3	3	2	未评价	未评价	未评价	3	3-4
汗坚牢度 (酸性)	变色	4-5	5	4	5	5	未评价	未评价	未评价	5	5
	棉	4	5	4	5	5	未评价	未评价	未评价	4-5	4-5
	尼龙	4	5	4	5	5	未评价	未评价	未评价	5	4-5
汗坚牢度 (碱性)	变色	4-5	5	4	5	5	未评价	未评价	未评价	5	5
	棉	3-4	5	4	5	5	未评价	未评价	未评价	4-5	4-5
	尼龙	3-4	5	4	5	5	未评价	未评价	未评价	4-5	4-5
摩擦坚牢度	干式	3	4-5	2-3	5	4-5	未评价	未评价	未评价	4-5	4-5
	湿式	3-4	4-5	3-4	4-5	4	未评价	未评价	未评价	4	4

[1728] 关于式(D)的化合物的染色性,染色例E13至E17及E35、E36中使用的R_{D1}及R_{D2}分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中,R_{D1}至R_{D2}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化

合物的染色性良好。但是,在染色例E18至E20中使用的以往在聚酯纤维等的染色中使用的分散染料的情况下,为 R_{D1} 至 R_{D2} 的烷基各自的碳数为1至3的烷基,其染色性不良。

[1729] 此外,关于式(D)的化合物的各坚牢度, R_{D1} 及 R_{D2} 的碳数越大则越良好。

[1730] 将式(G)的化合物的染色例的评价结果示于表30中。

[1731] 表30

[1732]

染色例		E21	E22	E37
合成例		27	—	27
染料化合物		G-1	G-X5	G-1
染料组合物制造例		48	—	140
R_G		己基-壬基	C_3H_7	己基-壬基
染料化合物		0.3% o.m.f.	0.3% o.m.f.	1.0% o.m.f.
染色性	Total K/S	20	6	51
耐光坚牢度		6	未评价	5
洗涤坚牢度	变褪色	5	未评价	5
	污染	棉	未评价	5
		尼龙	未评价	5
	残液污染	4	未评价	3-4
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	未评价	5
	污染	棉	未评价	5
		尼龙	未评价	5
	残液污染	4	未评价	3-4
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	5	未评价	5
	污染	棉	未评价	4-5
		尼龙	未评价	5
	残液污染	4	未评价	3-4
摩擦坚牢度	干式	5	未评价	5
	湿式	4-5	未评价	4-5

[1733] 关于式(G)的化合物的染色性,染色例E21及E37中使用的 R_G 为碳数为7或者为10至18的烷基的化合物的染色性良好。染色例E22中使用的以往在聚酯纤维等的染色中使用的分散染料即 R_G 为碳数为3的烷基的化合物的染色性不良。

[1734] 关于式(G)的化合物的各坚牢度,染色例E21及E37中使用的 R_G 为碳数为7或者为10至18的烷基的化合物良好。

[1735] (聚乙烯纤维的浸染2)

[1736] 使用混合使用了2种以上表3~9中记载的化合物的染料组合物,依据染色例E1同样地进行聚乙烯纤维的染色,对于所得到的聚乙烯纤维染色物,与上述的(聚丙烯纤维的浸染2)中得到的聚丙烯纤维染色物同样地进行了染色性评价、耐光坚牢度试验、洗涤坚牢度试验、汗坚牢度试验及摩擦坚牢度试验。

[1737] 将使用混合使用了2种以上表3~9中记载的化合物的染料组合物而得到的染色例的评价结果示于表31中。

[1738] 表31

[1739]

染色例		E23	E24	E25	E38	E39	E40
染料化合物 (染料组合物制造例)	A-2 (81)						2.96%o.m.f.
	A-3 (8)	1.40%o.m.f.	1.10%o.m.f.	1.10%o.m.f.			
	A-3 (79)				1.60%o.m.f.	2.96%o.m.f.	
	B-10 (89)				1.60%o.m.f.		
	C-3 (29)	0.10%o.m.f.	0.20%o.m.f.	0.20%o.m.f.			
	C-4 (90)					0.24%o.m.f.	0.24%o.m.f.
	D-1 (36)			0.70%o.m.f.			
	D-4 (40)	0.50%o.m.f.					
	D-4 (102)				0.80%o.m.f.	0.80%o.m.f.	0.80%o.m.f.
	D-5 (39)		0.70%o.m.f.				
染料化合物合计		2.0% o.m.f.	2.0% o.m.f.	2.0% o.m.f.	4.0% o.m.f.	4.0% o.m.f.	4.0% o.m.f.
染色性	L*	53.4	45.4	41.7	29.1	22.2	27.0
	a*	5.6	1.6	3.8	4.7	6.4	8.7
	b*	-7.1	-6.8	-4.7	-2.4	-1.9	-2.6
	Total K/S	50	86	104	242	387	264
耐光坚牢度		6	6	6	6	6	6
洗涤坚牢度	变褪色	5	5	4-5	5	5	5
	污染	棉	3-4	3-4	4	4	4
		尼龙	4	4	4-5	4	4
	液污染	3-4	3-4	3-4	3-4	3-4	3-4
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	5	5	5	5	5
	污染	棉	4-5	5	4-5	4-5	4
		尼龙	4-5	5	4-5	4-5	4-5
	液污染	5	5	5	5	5	5
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	5	5	5	5	5	5
	污染	棉	4-5	3	5	4-5	4
		尼龙	4-5	5	5	4-5	4-5
	液污染	5	5	5	5	5	5
摩擦坚牢度	干式	1-2	2	1-2	1-2	1-2	1-2
	湿式	2-3	3	2-3	3	3	3

[1740] 如表31中所示的那样,在将本发明中得到的橙色染料、红色染料及蓝色染料混合使用的情况下,得到染色性良好、并且各坚牢度也大致良好的黑色染色布。

[1741] (聚丙烯纤维的印染1)

[1742] 仅使用表3~9中记载的化合物的染料组合物或表3~9中所示的以往在聚酯纤维等的染色中使用的分散染料化合物等的染料组合物中的1种通过印染法进行了聚丙烯纤维的染色。

[1743] (染色例PP1)

[1744] 将羧甲基纤维素5.8g、氯酸钠0.3g、酒石酸0.3g添加到水73.6g中,搅拌至变得均匀而得到糊剂A。在上述糊剂A中添加在染料组合物制造例76中得到的蓝色化合物A-13的染料组合物(染料浓度20质量%)1.5g中加水18.5g并搅拌而得到的染料分散液,搅拌至变得均匀而制备了印染糊剂(0.3%o.m.p.)。将上述印染糊剂印花于聚丙烯纤维上,在110℃下进行3分钟干热干燥后,通过H.T.蒸汽产生器在130℃下进行6分钟显色,之后,进行还原洗涤、水洗、干燥,从而得到蓝色聚丙烯纤维染色物。

[1745] (染色例PP2至PP12)

[1746] 除了将染色例PP1中记载的蓝色化合物A-13的染料组合物变更为表32~36的化合物的染料组合物以外,通过与染色例PP1同样的染色步骤而得到染色聚丙烯纤维染色物。

[1747] (染色例PP13)

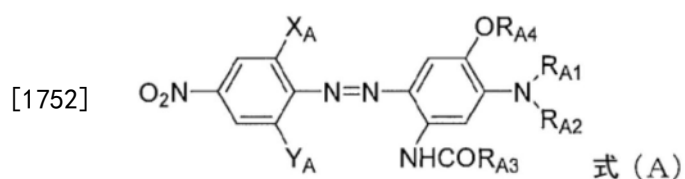
[1748] 将羧甲基纤维素5.8g、氯酸钠0.3g、酒石酸0.3g添加到水73.6g中,搅拌至变得均

匀而得到糊剂A。在上述糊剂A中添加在染料组合物制造例107中得到的蓝色化合物A-5的粉体状的染料组合物(染料浓度20质量%) 1.5g中加水18.5g并搅拌而得到的染料分散液,搅拌至变得均匀而制备了印染糊剂(0.3%o.m.p.)。将上述印染糊剂印花于聚丙烯纤维上,在110℃下进行3分钟干热干燥后,通过H.T.蒸汽产生器在130℃下进行6分钟显色,之后,进行还原洗涤、水洗、干燥,从而得到蓝色聚丙烯纤维染色物。

[1749] (染色例PP14至PP19)

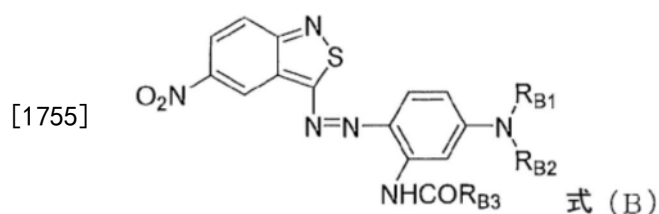
[1750] 除了将染色例PP13中记载的蓝色化合物A-5的粉体状的染料组合物变更为表32~36的化合物的粉体状的染料组合物以外,通过与染色例PP13同样的染色步骤,从而得到染色聚丙烯纤维染色物。

[1751] 表32



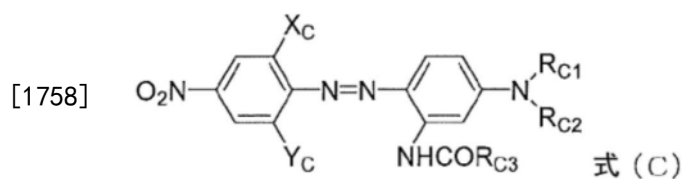
染色例	化合物	X _A	Y _A	R _{A1}	R _{A2}	R _{A3}	R _{A4}
[1753]	PP1	A-13	NO ₂	Br ⁻	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	CH ₃
	PP2	A-3	NO ₂	Br ⁻	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
	PP3	A-2	NO ₂	Br ⁻	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₇
	PP13	A-5	NO ₂	Br ⁻	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃

[1754] 表33



染色例	化合物	R _{B1}	R _{B2}	R _{B3}
PP4	B-3	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
PP5	B-2	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉
PP6	B-10	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	-CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉
PP14	B-2	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉

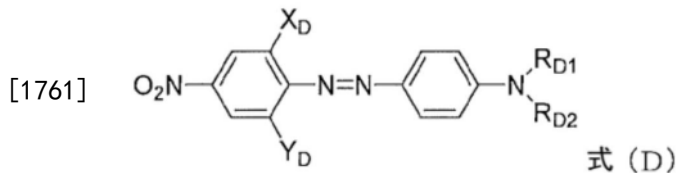
[1757] 表34



染色例	化合物	X _C	Y _C	R _{C1}	R _{C2}	R _{C3}
PP7	C-4	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃

PP8	C-3	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
PP9	C-20	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
PP15	C-4	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
PP16	C-20	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃

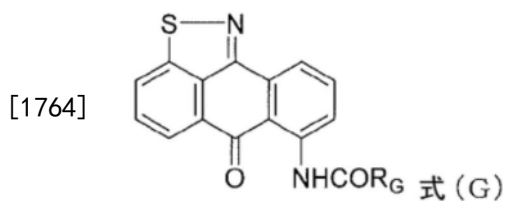
[1760] 表35



[1762]

染色例	化合物	X _D	Y _D	R _{D1}	R _{D2}
PP10	D-13	H	H	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃
PP11	D-4	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
PP17	D-4	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
PP18	D-5	Br	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇

[1763] 表36



[1765]

染色例	化合物	R _G
PP12	G-1	-CH(C ₆ H ₁₃)C ₈ H ₁₇
PP19	G-1	-CH(C ₆ H ₁₃)C ₈ H ₁₇

[1766] 对于染色例中得到的聚丙烯纤维染色物,与上述的(聚丙烯纤维的浸染1)中得到的聚丙烯纤维染色物同样地进行了染色性评价、耐光坚牢度试验、升华坚牢度试验、洗涤坚牢度试验、汗坚牢度试验、摩擦坚牢度试验及相对于热压的坚牢度试验。

[1767] 将式(A)的化合物的染色例的评价结果示于表37中。

[1768] 表37

[1769]

染色例		PP1	PP2	PP3	PP13
合成例		60	3	2	5
染料化合物		A-13	A-3	A-2	A-5
染料组合物制造例		76	79	81	107
X_A		NO_2	NO_2	NO_2	NO_2
Y_A		Br	Br	Br	Br
R_{A1}		C_6H_{13}	C_8H_{17}	C_8H_{17}	C_8H_{17}
R_{A2}		C_6H_{13}	C_8H_{17}	C_8H_{17}	C_8H_{17}
R_{A3}		CH_3	C_2H_5	C_4H_9	CH_3
R_{A4}		CH_3	CH_3	CH_3	CH_3
染料化合物		0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.
染色性	Total K/S	147	115	144	168
耐光坚牢度		低于3级	低于3级	低于3级	3
升华坚牢度		5	4-5	5	5
洗涤坚牢度	变褪色	5	5	5	4-5
	污染	棉	4-5	5	4-5
		尼龙	5	5	3-4
	残液污染	4	4	4	5
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	5	5	5
	污染	棉	5	5	5
		尼龙	5	5	5
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	5	5	5	5
	污染	棉	5	5	5
		尼龙	5	5	5
摩擦坚牢度	干式	3	3-4	4-5	3
	湿式	3-4	3-4	4-5	4
热压		5	5	5	4-5

[1770] 关于式(A)的化合物的染色性,染色例PP1至PP3及PP13中使用的 R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 分别独立地为碳数为1至14的烷基(其中, R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的染色性良好。

[1771] 此外,关于式(A)的化合物的各坚牢度,染色例PP1至PP3及PP13中使用的 R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 分别独立地为碳数为1至14的烷基(其中, R_{A1} 、 R_{A2} 及 R_{A3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的升华坚牢度、洗涤坚牢度、汗坚牢度、摩擦坚牢度及相对于热压的坚牢度良好。

[1772] 将式(B)的化合物的染色例的评价结果示于表38中。

[1773] 表38

[1774]

染色例		PP4	PP5	PP14
合成例		11	10	10
染料化合物		B-3	B-2	B-2
染料组合物制造例		85	87	115
R_{B1}		C_8H_{17}	C_8H_{17}	C_8H_{17}
R_{B2}		C_8H_{17}	C_8H_{17}	C_8H_{17}
R_{B3}		C_2H_5	C_4H_9	C_4H_9
染料化合物		0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.
染色性	Total K/S	118	119	179
耐光坚牢度		3-4	3-4	4-5
升华坚牢度		5	5	4-5
洗涤坚牢度	变褪色	4-5	4-5	5
	污染	棉	4-5	3
		尼龙	5	4-5
	残液污染	4	4	3-4
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	5	5
	污染	棉	5	5
		尼龙	5	5
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	5	5	5
	污染	棉	5	5
		尼龙	5	5
摩擦坚牢度	干式	3	3	3
	湿式	3-4	3	3-4
热压		5	5	5

[1775] 关于式(B)的化合物的染色性,染色例PP4至PP5及PP14中使用的 R_{B1} 、 R_{B2} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中, R_{B1} 、 R_{B2} 及 R_{B3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的染色性良好。

[1776] 此外,关于式(B)的化合物的各坚牢度,染色例PP4至PP5中使用的 R_{B1} 、 R_{B2} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中, R_{B1} 、 R_{B2} 及 R_{B3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的各坚牢度良好。

[1777] 将式(C)的化合物的染色例的评价结果示于表39中。

[1778] 表39

[1779]

染色例		PP7	PP8	PP9	PP15	PP16
合成例		20	19	68	20	68
染料化合物		C-4	C-3	C-20	C-4	C-20
染料组合物制造例		90	92	96	120	126
X _C		Cl	Cl	H	Cl	H
Y _C		H	H	H	H	H
R _{C1}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{C2}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{C3}		CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	CH ₃
染料化合物		0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.
染色性	Total K/S	134	123	108	165	133
耐光坚牢度		6	6	5	6	5-6
升华坚牢度		4-5	4-5	4-5	4	4
洗涤坚牢度	变褪色	5	5	5	5	5
	污染	棉	4	4	3-4	4-5
		尼龙	4-5	4-5	4	4-5
	残液污染	3	3-4	3	3-4	3
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	5	5	5	5
	污染	棉	5	5	5	5
		尼龙	5	5	5	5
	变褪色	5	5	5	5	5
汗坚牢度 (碱性)	污染	棉	5	5	5	5
		尼龙	5	5	5	5
	变褪色	5	5	5	5	5
摩擦坚牢度	干式	3-4	4	4	3	3-4
	湿式	3-4	4	3-4	3-4	4
热压		5	5	5	5	5

[1780] 关于式 (C) 的化合物的染色性, 染色例 PP7 至 PP9、PP15 及 PP16 中使用的 R_{C1}、R_{C2} 及 R_{C3} 分别独立地表示碳数为 1 至 14 的烷基 (其中, R_{C1}、R_{C2} 及 R_{C3} 中的至少一个为碳数为 4 至 14 的烷基) 的化合物的染色性良好。

[1781] 此外, 关于式 (C) 的化合物的各坚牢度, 染色例 PP7 至 PP9、PP15 及 PP16 中使用的 R_{C1}、R_{C2} 及 R_{C3} 分别独立地表示碳数为 1 至 14 的烷基 (其中, R_{C1}、R_{C2} 及 R_{C3} 中的至少一个为碳数为 4 至 14 的烷基) 的化合物的各坚牢度良好。

[1782] 将式 (D) 的化合物的染色例的评价结果示于表 40 中。

[1783] 表 40

[1784]

染色例		PP10	PP11	PP17	PP18
合成例		65	30	30	31
染料化合物		D-13	D-4	D-4	D-5
染料组合物制造例		101	102	135	131
X _D		H	H	H	Br
Y _D		H	H	H	Br
R _{D1}		C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{D2}		C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
染料化合物		0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.
染色性	Total K/S	138	159	182	122
耐光坚牢度		5-6	5-6	5	5
升华坚牢度		3	3-4	3	4-5
洗涤坚牢度	变褪色	5	5	5	4-5
	污染	棉	5	5	5
		尼龙	4-5	5	4-5
	残液污染	3	3	3-4	3-4
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	5	5	5
	污染	棉	5	5	5
		尼龙	5	5	5
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	5	5	5	5
	污染	棉	5	5	5
		尼龙	5	5	5
摩擦坚牢度	干式	4-5	4-5	3-4	4
	湿式	4	4-5	4-5	4-5
热压		5	5	5	5

[1785] 关于式(D)的化合物的染色性,染色例PP10、PP11、PP17及PP18中使用的R_{D1}及R_{D2}分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中,R_{D1}及R_{D2}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的染色性良好。

[1786] 此外,关于式(D)的化合物的各坚牢度,染色例PP10、PP11、PP17及PP18中使用的R_{D1}及R_{D2}分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中,R_{D1}及R_{D2}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的各坚牢度良好。

[1787] 将式(G)的化合物的染色例的评价结果示于表41中。

[1788] 表41

[1789]

染色例		PP12	PP19
合成例		27	27
染料化合物		G-1	G-1
染料组合物制造例		105	140
R_G		己基-壬基	己基-壬基
染料化合物		0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.
染色性	Total K/S	32	52
耐光坚牢度		4	3
升华坚牢度		5	4-5
洗涤坚牢度	变褪色	5	5
	污染	棉	4-5
		尼龙	5
	残液污染	4	4
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	5
	污染	棉	5
		尼龙	5
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	5	5
	污染	棉	5
		尼龙	5
摩擦坚牢度	干式	5	4-5
	湿式	5	4-5
热压		5	5

[1790] 关于式(G)的化合物的染色性,染色例PP12及PP19中使用的 R_G 为碳数为7或者为10至18的烷基的化合物的染色性良好。

[1791] 关于式(G)的化合物的各坚牢度,染色例PP12及PP19中使用的 R_G 为碳数为7或者为10至18的烷基的化合物良好。

[1792] (聚丙烯纤维的印染2)

[1793] 使用混合使用了2种以上表3~9中记载的化合物的染料组合物,依据染色例PP1,使用1.2% o.m.p.的印染糊剂进行了聚丙烯纤维的染色。

[1794] 进而,使用混合使用了2种以上表3~9中记载的化合物的染料组合物,依据染色例PP13,使用1.8% o.m.p.的印染糊剂进行了聚丙烯纤维的染色。

[1795] 对于所得到的聚丙烯纤维染色物,与上述的(聚丙烯纤维的浸染2)中得到的聚丙烯纤维染色物同样地进行了染色性评价、耐光坚牢度试验、升华坚牢度试验、洗涤坚牢度试

验、汗坚牢度试验、摩擦坚牢度试验及相对于热压的坚牢度试验。

[1796] 将结果示于表42中。

[1797] 表表442

[1798]

染色例		PP20	PP21	PP22
染料化合物 (染料组合物制造例)	A-2 (81)			0.96%o.m.p.
	A-3 (79)	0.48%o.m.p.	0.89%o.m.p.	
	A-3 (111)			
	B-2 (115)			
	B-10 (89)	0.48%o.m.p.		
	C-4 (90)		0.07%o.m.p.	0.05%o.m.p.
	C-4 (120)			
	D-4 (102)	0.24%o.m.p.	0.24%o.m.p.	0.19%o.m.p.
	D-4 (134)			
染料化合物合计		1.2% o.m.p.	1.2% o.m.p.	1.2% o.m.p.
染色性	L*	24.2	23.6	28.1
	a*	3.1	4.6	2.3
	b*	-4.7	-7.3	-5.8
	Total K/S	346	344	265
耐光坚牢度		5	3-4	3-4
升华坚牢度		4-5	4-5	4-5
洗涤坚牢度	变褪色	5	5	5
	污染			
	棉	4	4-5	4-5
	尼龙	5	4-5	4-5
汗坚牢度 (酸性)	液污染	3	3	3-4
	变褪色	5	5	5
	污染			
	棉	5	5	5
汗坚牢度 (碱性)	尼龙	5	5	5
	变褪色	5	5	5
	污染			
	棉	5	5	5
摩擦坚牢度	尼龙	5	5	5
	干式	1-2	2-3	2-3
热压	湿式	4	3	3
		5	5	5

[1799] 如表42中所示的那样,在将本发明中得到的橙色染料、红色染料及蓝色染料混合使用的情况下,得到染色性良好、并且各坚牢度都良好的黑色染色布。

[1800] (聚乙烯纤维的印染1)

[1801] 仅使用表3~9中记载的化合物的染料组合物或表3~9中所示的以往在聚酯纤维等的染色中使用的分散染料化合物等的染料组合物中的1种通过印染法进行了聚乙烯纤维的染色。

[1802] (染色例EP1)

[1803] 将羧甲基纤维素5.8g、氯酸钠0.3g、酒石酸0.3g添加到水73.6g中,搅拌至变得均匀而得到糊剂A。在上述糊剂A中添加在染料组合物制造例76中得到的蓝色化合物A-13的染

料组合物(染料浓度20质量%) 1.5g中加水18.5g并搅拌而得到的染料分散液,搅拌至变得均匀而制备了印染糊剂(0.3%o.m.p.)。将上述印染糊剂印花于聚乙烯纤维上,在110℃下进行3分钟干热干燥后,通过H.T.蒸汽产生器在110℃下进行6分钟显色,之后,进行还原洗涤、水洗、干燥,从而得到蓝色聚乙烯纤维染色物。

[1804] (染色例EP2至EP12)

[1805] 除了将染色例EP1中记载的蓝色化合物A-13的染料组合物变更为表43~47的化合物的染料组合物以外,通过与染色例EP1同样的染色步骤,从而得到染色聚乙烯纤维染色物。

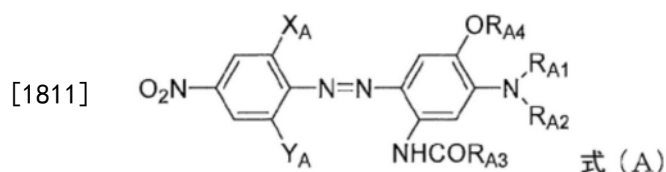
[1806] (染色例EP13)

[1807] 将羧甲基纤维素5.8g、氯酸钠0.3g、酒石酸0.3g添加到水73.6g中,搅拌至变得均匀而得到糊剂A。在上述糊剂A中添加在染料组合物制造例105中得到的蓝色化合物A-5的粉体状的染料组合物(染料浓度20质量%) 1.5g中加水18.5g并搅拌而得到的染料分散液,搅拌至变得均匀而制备了印染糊剂(0.3%o.m.p.)。将上述印染糊剂印花于聚乙烯纤维上,在110℃下进行3分钟干热干燥后,通过H.T.蒸汽产生器在110℃下进行6分钟显色,之后,进行还原洗涤、水洗、干燥,从而得到蓝色聚乙烯纤维染色物。

[1808] (染色例EP14至EP19)

[1809] 除了将染色例EP13中记载的蓝色化合物A-5的粉体状的染料组合物变更为表44~47的化合物的粉体状的染料组合物以外,通过与染色例EP13同样的染色步骤,从而得到染色聚乙烯纤维染色物。

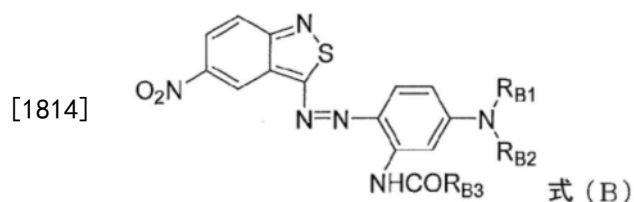
[1810] 表43



[1812]

染色例	化合物	X _A	Y _A	R _{A1}	R _{A2}	R _{A3}	R _{A4}
EP1	A-13	NO ₂	Br	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	CH ₃	CH ₃
EP2	A-3	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	CH ₃
EP3	A-2	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉	CH ₃
EP13	A-5	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃	CH ₃

[1813] 表44

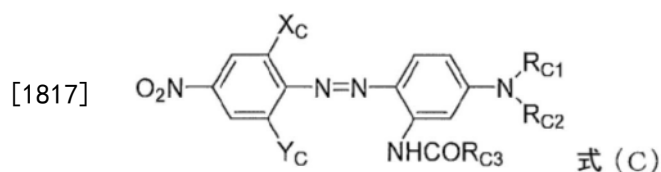


[1815]

染色例	化合物	R _{B1}	R _{B2}	R _{B3}
EP4	B-3	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
EP5	B-2	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉
EP6	B-10	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	-CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉

EP14	B-2	C_8H_{17}	C_8H_{17}	C_4H_9
------	-----	-------------	-------------	----------

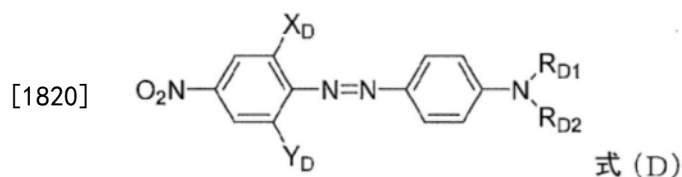
[1816] 表45



[1818]

染色例	化合物	X_c	Y_c	R_{C1}	R_{C2}	R_{C3}
EP7	C-4	Cl	H	C_8H_{17}	C_8H_{17}	CH_3
EP8	C-3	Cl	H	C_8H_{17}	C_8H_{17}	C_2H_5
EP9	C-20	H	H	C_8H_{17}	C_8H_{17}	CH_3
EP15	C-4	Cl	H	C_8H_{17}	C_8H_{17}	CH_3
EP16	C-20	H	H	C_8H_{17}	C_8H_{17}	CH_3

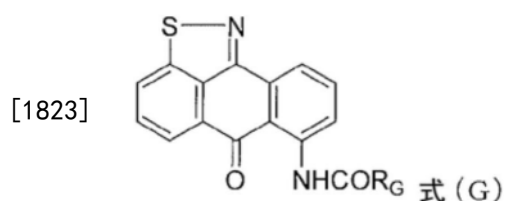
[1819] 表46



[1821]

染色例	化合物	X_D	Y_D	R_{D1}	R_{D2}
EP10	D-13	H	H	C_6H_{13}	C_6H_{13}
EP11	D-4	H	H	C_8H_{17}	C_8H_{17}
EP17	D-4	H	H	C_8H_{17}	C_8H_{17}
EP18	D-5	Br	Br	C_8H_{17}	C_8H_{17}

[1822] 表47



[1824]

染色例	化合物	R_G
EP12	G-1	$-CH(C_6H_{13})C_8H_{17}$
EP19	G-1	$-CH(C_6H_{13})C_8H_{17}$

[1825] 对于染色例中得到的聚乙烯纤维染色物,与上述的(聚丙烯纤维的浸染1)中得到的聚丙烯纤维染色物同样地进行了染色性评价、耐光坚牢度试验、洗涤坚牢度试验、汗坚牢度试验及摩擦坚牢度试验。

[1826] 将式(A)的化合物的染色例的评价结果示于表48中。

[1827] 表48

[1828]

染色例		EP1	EP2	EP3	EP13
合成例		60	3	2	5
染料化合物		A-13	A-3	A-2	A-5
染料组合物制造例		76	79	81	107
X _A		NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂
Y _A		Br	Br	Br	Br
R _{A1}		C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{A2}		C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{A3}		CH ₃	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉	CH ₃
R _{A4}		CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃
染料化合物		0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.
染色性	Total K/S	28	27	41	130
耐光坚牢度		低于3级	低于3级	低于3级	低于3级
洗涤坚牢度	变褪色	4-5	4-5	5	5
	污染	棉	5	5	5
		尼龙	5	5	5
	残液污染	4	4	4	3-4
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	5	5	5
	污染	棉	5	5	5
		尼龙	5	5	5
	残液污染	4	4	4	3-4
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	5	5	5	5
	污染	棉	5	5	5
		尼龙	5	5	5
	残液污染	4	4	4	3-4
摩擦坚牢度	干式	4	5	5	4
	湿式	4	4-5	4-5	4-5

[1829] 关于式(A)的化合物的染色性,染色例EP1至EP3及EP13中使用的R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}分别独立地为碳数为1至14的烷基(其中,R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的染色性良好。

[1830] 此外,关于式(A)的化合物的各坚牢度,染色例EP1至EP3及EP13中使用的R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}分别独立地为碳数为1至14的烷基(其中,R_{A1}、R_{A2}及R_{A3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的洗涤坚牢度、汗坚牢度及摩擦坚牢度良好。

[1831] 将式(B)的化合物的染色例的评价结果示于表49中。

[1832] 表49

[1833]

染色例		EP4	EP5	EP14
合成例		11	10	10
染料化合物		B-3	B-2	B-2
染料组合物制造例		85	87	115
R_{B1}		C_8H_{17}	C_8H_{17}	C_8H_{17}
R_{B2}		C_8H_{17}	C_8H_{17}	C_8H_{17}
R_{B3}		C_2H_5	C_4H_9	C_4H_9
染料化合物		0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.
染色性	Total K/S	27	34	86
耐光坚牢度		3	3	低于3级
洗涤坚牢度	变褪色	4-5	5	5
	污染	棉	5	5
		尼龙	5	5
	残液污染	4	4	4
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	4-5	5	5
	污染	棉	5	5
		尼龙	5	5
	残液污染	4	4	4
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	4-5	5	5
	污染	棉	5	5
		尼龙	5	5
	残液污染	4	4	4
摩擦坚牢度	干式	5	4	3
	湿式	4-5	4	4

[1834] 关于式(B)的化合物的染色性,染色例EP4至EP5及EP14中使用的 R_{B1} 、 R_{B2} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中, R_{B1} 、 R_{B2} 及 R_{B3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的染色性良好。

[1835] 此外,关于式(B)的化合物的各坚牢度,染色例EP4至EP5及EP14中使用的 R_{B1} 、 R_{B2} 分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中, R_{B1} 、 R_{B2} 及 R_{B3} 中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的各坚牢度良好。

[1836] 将式(C)的化合物的染色例的评价结果示于表50中。

[1837] 表50

[1838]

染色例		EP7	EP8	EP9	EP15	EP16
合成例		20	19	68	20	68
染料化合物		C-4	C-3	C-20	C-4	C-20
染料组合物制造例		90	92	96	120	126
X _C		Cl	Cl	H	Cl	H
Y _C		H	H	H	H	H
R _{C1}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{C2}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{C3}		CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	CH ₃
染料化合物		0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.
染色性	Total K/S	41	41	32	125	120
耐光坚牢度		6	5-6	6	4	3-4
洗涤坚牢度	变褪色	5	4-5	4-5	5	5
	污染	棉	5	5	5	5
		尼龙	5	5	5	5
	残液污染	3-4	3-4	4	3-4	3
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	5	5	5	5
	污染	棉	5	5	5	5
		尼龙	5	5	5	5
	残液污染	5	5	5	5	5
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	5	5	5	5	5
	污染	棉	5	5	5	5
		尼龙	5	5	5	5
	残液污染	5	5	5	5	5
摩擦坚牢度	干式	4-5	4-5	4-5	4	4
	湿式	4	4	4	4-5	4

[1839] 关于式 (C) 的化合物的染色性, 染色例EP7至EP9、EP15及EP16中使用的R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}分别独立地表示碳数为1至14的烷基 (其中, R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基) 的化合物的染色性良好。

[1840] 此外, 关于式 (C) 的化合物的各坚牢度, 染色例EP7至EP9、EP15及EP16中使用的R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}分别独立地表示碳数为1至14的烷基 (其中, R_{C1}、R_{C2}及R_{C3}中的至少一个为碳数为4至14的烷基) 的化合物的各坚牢度良好。

[1841] 将式 (D) 的化合物的染色例的评价结果示于表51中。

[1842] 表51

[1843]

染色例		EP10	EP11	EP17	EP18
合成例		65	30	30	31
染料化合物		D-13	D-4	D-4	D-5
染料组合物制造例		101	102	135	131
X _D		H	H	H	Br
Y _D		H	H	H	Br
R _{D1}		C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{D2}		C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
染料化合物		0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.
染色性	Total K/S	69	70	113	87
耐光坚牢度		5-6	5-6	3-4	3-4
洗涤坚牢度	变褪色	5	4-5	5	5
	污染	棉	5	5	5
		尼龙	5	5	5
	残液污染	3	3-4	3-4	3-4
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	5	5	5
	污染	棉	5	5	5
		尼龙	5	5	5
	残液污染	3	3-4	3-4	3-4
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	5	5	5	5
	污染	棉	5	5	5
		尼龙	5	5	5
	残液污染	3	3-4	3-4	3-4
摩擦坚牢度	干式	5	5	5	5
	湿式	4	4	4-5	5

[1844] 关于式(D)的化合物的染色性,染色例EP10、EP11、EP17及EP18中使用的R_{D1}、R_{D2}分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中,R_{D1}及R_{D2}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的染色性良好。

[1845] 此外,关于式(D)的化合物的各坚牢度,染色例EP10、EP11、EP17及EP18中使用的R_{D1}及R_{D2}分别独立地表示碳数为1至14的烷基(其中,R_{D1}及R_{D2}中的至少一个为碳数为4至14的烷基)的化合物的各坚牢度良好。

[1846] 将式(G)的化合物的染色例的评价结果示于表52中。

[1847] 表52

[1848]

染色例		EP12	EP19
合成例		27	27
染料化合物		G-1	G-1
染料组合物制造例		105	140
R _G		己基-壬基	己基-壬基
染料化合物		0.3% o.m.p.	0.3% o.m.p.
染色性	Total K/S	16	26
耐光坚牢度		5	3-4
洗涤坚牢度	变褪色	5	5
	污染	棉	5
		尼龙	5
	残液污染	3-4	4
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	5
	污染	棉	5
		尼龙	5
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	5	5
	污染	棉	5
		尼龙	5
摩擦坚牢度	干式	5	5
	湿式	4-5	5

[1849] 关于式 (G) 的化合物的染色性, 染色例EP12及EP19中使用的R_G为碳数为7或者为10至18的烷基的化合物的染色性良好。

[1850] 关于式 (G) 的化合物的各坚牢度, 染色例EP12及EP19中使用的R_G为碳数为7或者为10至18的烷基的化合物良好。

[1851] (聚乙烯纤维的印染2)

[1852] 使用混合使用了2种以上表3~9中记载的化合物的染料组合物, 依据染色例EP1, 使用1.2% o.m.p.的印染糊剂进行了聚乙烯纤维的染色。

[1853] 进而, 使用混合使用了2种以上表3~9中记载的化合物的染料组合物, 依据染色例EP13, 使用1.8% o.m.p.的印染糊剂进行了聚乙烯纤维的染色。

[1854] 对于所得到的聚乙烯纤维染色物, 与上述的(聚丙烯纤维的浸染2)中得到的聚丙烯纤维染色物同样地进行了染色性评价、耐光坚牢度试验、洗涤坚牢度试验、汗坚牢度试验及摩擦坚牢度试验。

[1855] 将结果示于表53中。

[1856] 表53

[1857]

染色例		EP20	EP21	EP22
染料化合物 (染料组合物制造例)	A-2 (81)			0.89%o.m.p.
	A-3 (79)	0.48%o.m.p.	0.89%o.m.p.	
	A-3 (111)			
	B-2 (115)			
	B-10 (89)	0.48%o.m.p.		
	C-4 (90)		0.07%o.m.p.	0.07%o.m.p.
	C-4 (120)			
	D-4 (102)	0.24%o.m.p.	0.24%o.m.p.	0.24%o.m.p.
	D-4 (134)			
染料化合物合计		1.2% o.m.p.	1.2% o.m.p.	1.2% o.m.p.
染色性	L*	35.6	36.4	38.1
	a*	6.9	9.9	9.4
	b*	-3.3	-6.6	-3.6
	Total K/S	152	135	123
耐光坚牢度		5	5-6	5
洗涤坚牢度	变褪色	4-5	5	5
	污染	棉	5	5
		尼龙	5	5
	液污染	3-4	3-4	3-4
汗坚牢度 (酸性)	变褪色	5	5	5
	污染	棉	5	5
		尼龙	5	5
	变褪色	5	5	5
汗坚牢度 (碱性)	变褪色	5	5	5
	污染	棉	5	5
		尼龙	5	5
	变褪色	5	5	5
摩擦坚牢度	干式	2-3	2-3	2-3
	湿式	3	3-4	3-4

[1858] 如表53中所示的那样,在将本发明中得到的橙色染料、红色染料及蓝色染料混合使用的情况下,得到了染色性良好、并且各坚牢度都良好的黑色染色布。

[1859] 综上,本发明并不限于上述的实施方式,关于将实施方式的构成适当组合而得到的方式或置换而得到的方式也包含于本发明中。

[1860] 此外,也可以基于本领域技术人员将实施方式中的组合或工序的顺序适当改组或对实施方式加以各种设计变更等变形,施加了那样的变形的实施方式也可包含于本发明的范围内。

[1861] 产业上的可利用性

[1862] 本发明可以利用于将衣服、内衣、帽子、袜子、手套、运动用衣料等衣料品、座套等车辆内装材料、地毯、帘幕、地垫、沙发套、靠垫套等室内装饰用品等中使用的聚烯烃纤维进行染色。