



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103987793 B

(45)授权公告日 2016.08.17

(21)申请号 201280061568.3

(22)申请日 2012.11.26

(30)优先权数据

11193426.1 2011.12.14 EP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2014.06.13

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2012/073572 2012.11.26

(87)PCT国际申请的公布数据

W02013/087400 EN 2013.06.20

(73)专利权人 亨斯迈先进材料(瑞士)有限公司

地址 瑞士巴塞尔

(72)发明人 A.穆伊勒 R.希德布兰德

S.达勒-诺加雷

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公

司 72001

代理人 徐晶 李炳爱

(51)Int.Cl.

C09B 33/06(2006.01)

C09B 67/00(2006.01)

D06P 1/06(2006.01)

D06P 3/06(2006.01)

D06P 3/24(2006.01)

D06P 3/32(2006.01)

(56)对比文件

CN 1195678 A, 1998.10.14,

CN 1513038 A, 2004.07.14,

CN 1687244 A, 2005.10.26,

US 2080191 A, 1937.05.11,

EP 0091020 A1, 1983.10.12,

EP 0140252 A2, 1985.05.08,

审查员 潘成玉

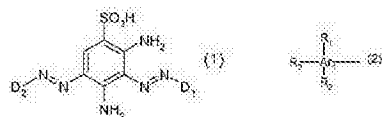
权利要求书2页 说明书19页

(54)发明名称

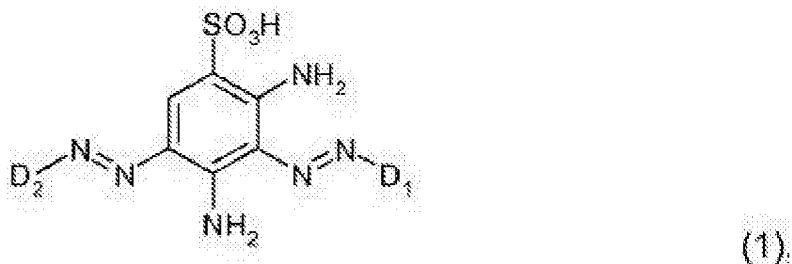
偶氮染料

(57)摘要

本发明涉及式(1)的染料,其中残基D₁和D₂各自代表式(2)的基团,其中Ar₁代表碳环或杂环芳族化合物的四价基团,R₁、R₂和R₃各自彼此独立地为氢、C₁-C₁₂烷基、C₁-C₁₂烷氧基、卤素、-OH、-CN、-NO₂、-CF₃、-SO₃H、-NHCOR₄、-COOR₅、-CONR₆R₇、-SO₂NR₈R₉、-NR₁₀SO₂R₁₁、-SO₂R₁₃-或-ZCH₂CH₂Q,其中Z为-O-、-SO₂-、-NR₁₂-、-CONH-或-NHCO-,Q代表-OH、C₁-C₁₂烷基、-SO₂R₁₃-、-NHR₁₄-、-OCH₂CH₂OH、-SO₂CH₂CH₂OH或-NHCH₂CH₂OH, R₄为C₁-C₁₂烷基,R₅、R₆、R₇、R₈、R₉、R₁₀、R₁₂、R₁₃和R₁₄各自彼此独立地为氢或C₁-C₁₂烷基,且R₁₁为C₁-C₁₂烷基,条件是所述残基D₁和D₂中的至少一个为式(2)的基团,其中R₃为-COOR₅、-SO₂NR₈R₉、-SO₂R₁₃-或-ZCH₂CH₂Q,本发明还涉及含有这些染料的二色和三色混合物及这些染料用于染色或印刷含羟基或含氮的纤维材料的用途。



1. 下式的染料：



其中D₁和D₂各自彼此独立地代表下式的基团：



其中：

Ar₁代表碳环或杂环芳族化合物的四价基团，

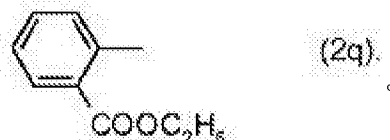
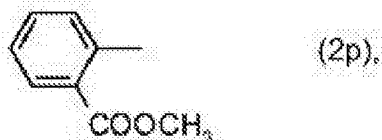
R₁、R₂和R₃各自彼此独立地为氢、C₁-C₁₂烷基、C₁-C₁₂烷氧基、卤素、-OH、-CN、-NO₂、-CF₃、-SO₃H、-NHCOR₄、-COOR₅、-CON(R₆)(R₇)、-SO₂NR₈R₉、-NR₁₀SO₂R₁₁、-SO₂R₁₃或-ZCH₂CH₂Q，其中Z为-O-、-SO₂-、-NR₁₂-、-CONH-或-NHCO-，Q代表-OH、-SO₂R₁₃、-NHR₁₄、-OCH₂CH₂OH、-SO₂CH₂CH₂OH或-NHCH₂CH₂OH，

R₄为C₁-C₁₂烷基，

R₅、R₆、R₇、R₈、R₉、R₁₀、R₁₂、R₁₃和R₁₄各自彼此独立地为氢或C₁-C₁₂烷基，且

R₁₁为C₁-C₁₂烷基，

条件是所述残基D₁和D₂中的至少一个代表式(2p)或(2q)的基团，



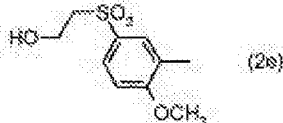
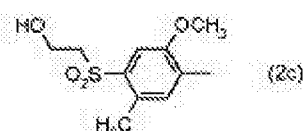
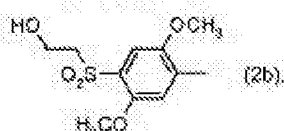
2. 权利要求1的式(1)染料，其中Ar₁代表苯的四价基团。

3. 权利要求1或2的式(1)染料，其中R₁和R₂各自彼此独立地为氢、甲基或甲氧基。

4. 权利要求1或2的式(1)染料，其中R₃为-COOCH₃或-COOC₂H₅。

5. 权利要求1或2的式(1)染料，其中R₃为-ZCH₂CH₂Q，其中Z和Q如在权利要求1中所定义。

6. 权利要求1或2的式(1)染料，其中所述残基D₁和D₂中的一个为式(2a)-(2e)的基团，



7. 制备权利要求1的式(1)染料的方法，其中，在第一步骤中，使式D₁-NH₂的重氮组分重

氮化并与2,4-二氨基苯磺酸偶合,其中D₁如在权利要求1中所定义,且使这样得到的中间物在第二步骤中与通过式D₂-NH₂的重氮组分重氮化制备的重氮盐反应,其中D₂如在权利要求1中所定义。

8.二色或三色染料混合物,其包含至少一种如在权利要求1中定义的式(1)的黄色、橙色或棕色染料和至少一种选自以下染料的红色染料:C.I.酸性红1、C.I.酸性红2、C.I.酸性红042、C.I.酸性红257、C.I.酸性红266、C.I.酸性红336、C.I.酸性红337、C.I.酸性红361和C.I.酸性红426。

9.二色或三色染料混合物,其包含至少一种如在权利要求1中定义的式(1)的黄色、橙色或棕色染料和至少一种选自以下染料的蓝色染料:C.I.酸性蓝040、C.I.酸性蓝061、C.I.酸性蓝062、C.I.酸性蓝072、C.I.酸性蓝258、C.I.酸性蓝277、C.I.酸性蓝277:1、C.I.酸性蓝324、C.I.酸性蓝340和C.I.酸性蓝343。

10.权利要求1的式(1)化合物用于染色或印刷含羟基或含氮的纤维材料的用途。

11.权利要求10的用途,其用于染色或印刷天然或合成的含聚酰胺的纤维材料。

偶氮染料

[0001] 本发明涉及新偶氮染料,其制备方法及其用于染色或印刷纺织纤维材料的用途。

[0002] 现今染色需要具有足够的直接上染性且同时能够很容易地洗去未固色染料的染料。它们还应该具有良好的得色量和高反应性,该目的旨在特别提供具有高固色度的染色品。

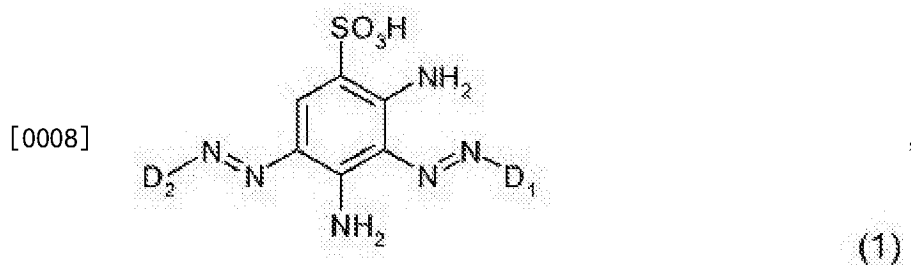
[0003] 二色和三色染料混合物常用于天然或合成聚酰胺(PA)纤维的染色或印刷方法中。

[0004] 二色和三色染色或印刷特别需要在这些方法中使用的染料的良好相容性。此外,染料将通过均匀的颜色积聚、良好的尽染性质、即使在不同浓度下也良好的色调恒定性和良好的固色性质、同时还有成本有效性来加以区分。

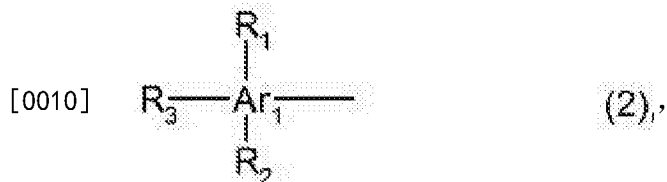
[0005] 特别需要满足这些需求的黄色染料且可将其与许多红色染料和蓝色染料组合以提供可用于染色或印刷聚酰胺纤维的便利的二色或三色混合物。

[0006] 已经发现,特别是在将下文定义的新染料用于染色合成聚酰胺纤维材料时,所造成的问题已经由这些染料基本解决。

[0007] 本发明因此涉及下式的染料:



[0009] 其中残基D₁和D₂各自代表下式的基团,



[0011] 其中

[0012] Ar₁代表碳环或杂环芳族化合物的四价基团,

[0013] R₁、R₂和R₃各自彼此独立地为氢、C₁-C₁₂烷基、C₁-C₁₂烷氧基、卤素、-OH、-CN、-NO₂、-CF₃、-SO₃H、-NHCOR₄、-COOR₅、-CONR₆R₇、-SO₂NR₈R₉、-NR₁₀SO₂R₁₁或-ZCH₂CH₂Q,其中Z为-O-、-SO₂-、-NR₁₂-、-CONH-或-NHCO-,Q代表-OH、C₁-C₁₂烷基、-SO₂R₁₃-、-NHR₁₄-、-OCH₂CH₂OH、-SO₂CH₂CH₂OH或-NHCH₂CH₂OH,

[0014] R₄为C₁-C₁₂烷基,

[0015] R₅、R₆、R₇、R₈、R₉、R₁₀、R₁₂、R₁₃和R₁₄各自彼此独立地为氢或C₁-C₁₂烷基,且

[0016] R₁₁为C₁-C₁₂烷基。

[0017] 所述残基D₁和D₂可相同或可代表不同的式(2)基团。

[0018] 当所述基团R₁-R₁₄中的任一个为C₁-C₁₂烷基时,该一个或多个基团可为直链或分支的。C₁-C₁₂烷基的实例有甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、正戊

基、新戊基、正己基、正庚基、正辛基、异辛基、正癸基和正十二烷基。

[0019] 作为基团 R_1 - R_3 的 C_1 - C_{12} 烷氧基的实例有甲氧基、乙氧基、正丙氧基、异丙氧基、正丁氧基、异丁氧基、仲丁氧基、叔丁氧基、正戊氧基、新戊氧基、正己氧基、正庚氧基、正辛氧基、异辛氧基、正癸氧基、正十一烷氧基和正十二烷氧基。

[0020] 合适的卤素取代基有氟、氯、溴和碘，特别是氯和溴。

[0021] 所述四价基团 Ar_1 可衍生自具有6-24个碳原子的碳环芳族化合物，如苯、萘、蒽或菲。

[0022] 此外，所述四价基团 Ar_1 可衍生自优选具有4或5个碳原子和来自O、S和N的一个或两个杂原子的杂环芳族化合物，例如吡咯、呋喃、噻吩、噁唑、噻唑、吡啶、吡嗪、嘧啶、哒嗪、吡啶、嘌呤或酞。

[0023] 优选 Ar_1 代表苯的四价基团。

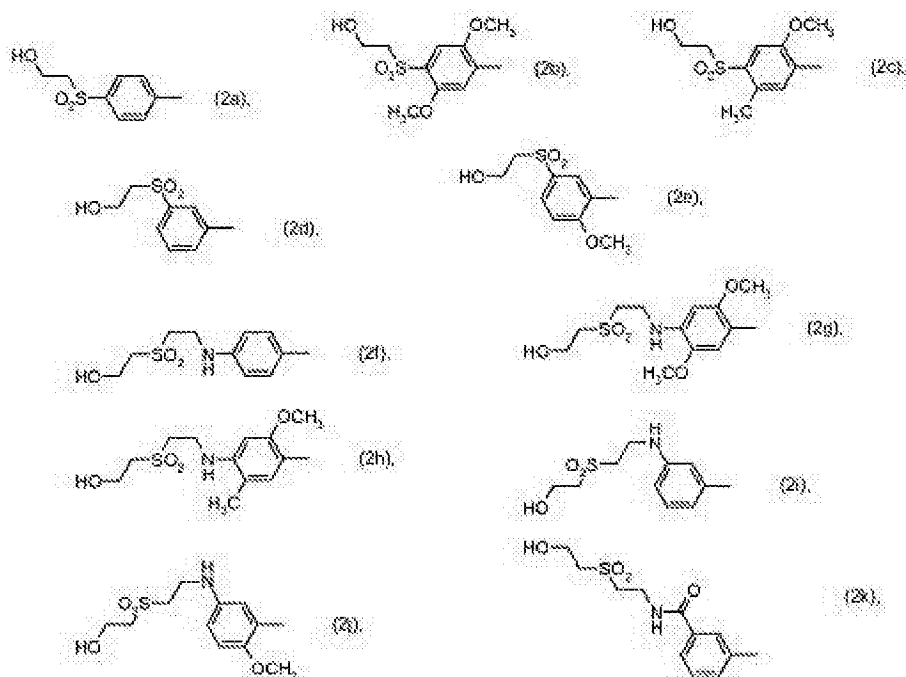
[0024] 优选的式(1)染料含有式(2)的基团，其中 R_1 和 R_2 各自彼此独立地为氢、甲基或甲氧基。

[0025] 进一步优选的式(1)染料含有式(2)的基团，其中 R_3 为 $-COOCH_3$ 或 $-COOC_2H_5$ 。

[0026] 进一步优选含有式(2)的基团的式(1)染料，其中 R_3 为 $-ZCH_2CH_2Q$ ，其中Z和Q如上定义。

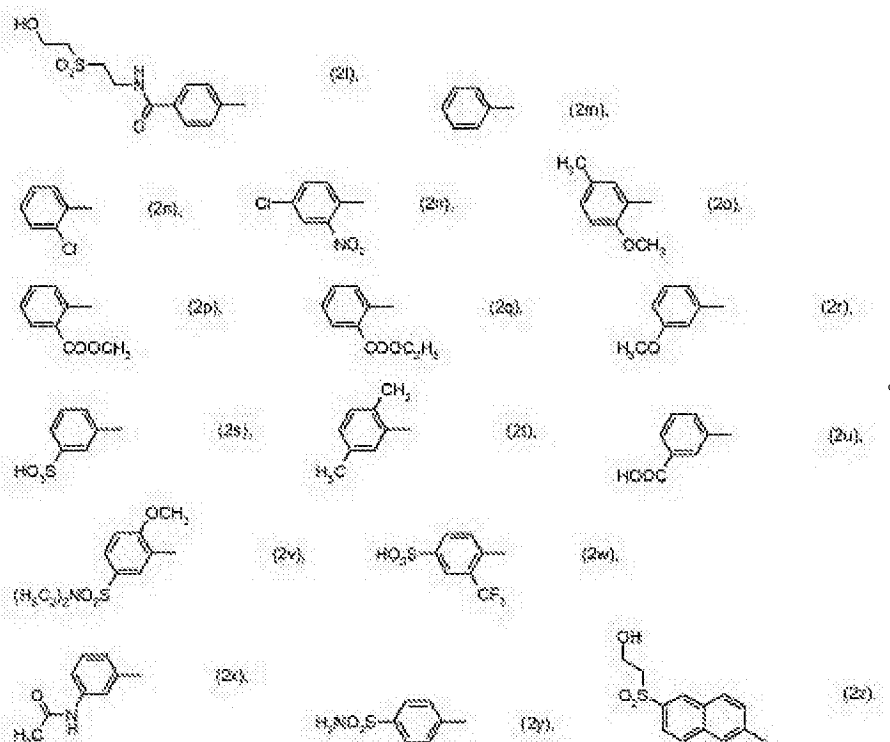
[0027] 特别优选式(1)的染料，其中残基 D_1 和 D_2 中的一个代表式(2)的基团，其中 R_3 为 $-ZCH_2CH_2Q$ ，其中Z和Q如上定义，且另一个为式(2)的基团，其中 R_3 为 $-COOCH_3$ 或 $-COOC_2H_5$ 。

[0028] 合适的式(2)基团例如为式(2a)-(2z)的基团：



[0029]

[0030]



[0031] 优选的式(2)基团为式(2a)、(2b)、(2c)、(2d)和(2e)的基团。

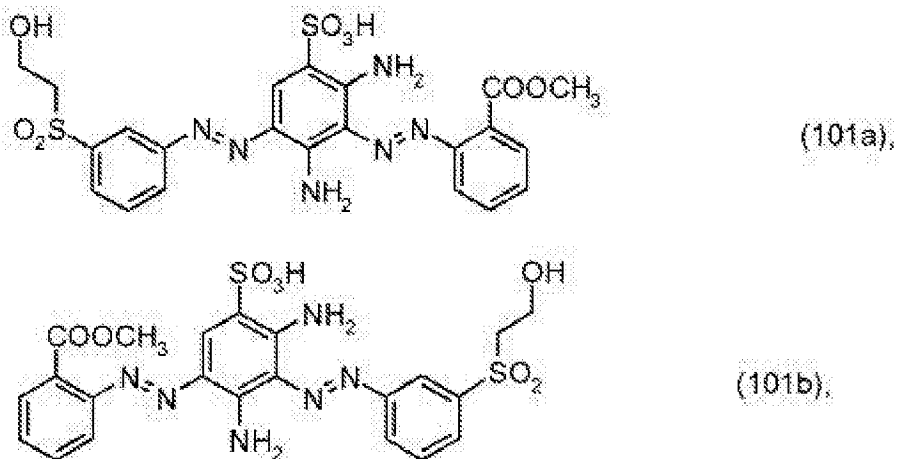
[0032] 进一步优选的式(2)基团为式(2p)和(2q)的基团：

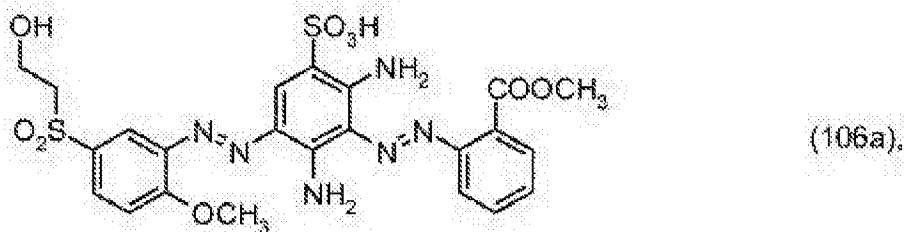
[0033]



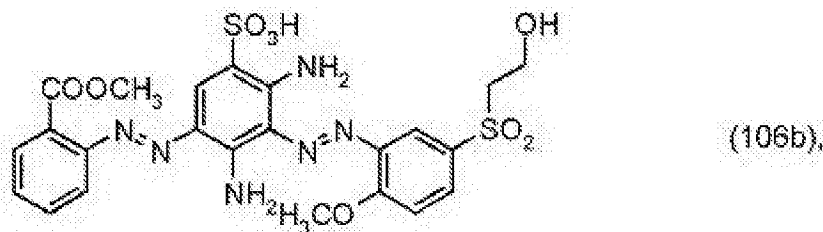
[0034] 尤其优选式(101a)、(101b)、(106a)和(106b)的染料

[0035]





[0036]



[0037] 在本发明方面之一中,本发明还涉及制备如上定义的式(1)染料的方法,其中,在第一步骤中,使式 D_1-NH_2 的重氮组分重氮化并与2,4-二氨基苯磺酸偶合,其中 D_1 如上定义,并使这样得到的中间物在第二步骤中与通过式 D_2-NH_2 的重氮组分重氮化制备的重氮盐反应,其中 D_2 如上定义。

[0038] 所述氨基化合物 D_1-NH_2 和 D_2-NH_2 是已知的且一些是市售的。

[0039] 所述重氮化反应以本身已知的方式进行,例如在酸性的水性介质、例如含盐酸或含硫酸的水性介质中用亚硝酸钠进行。然而,所述重氮化也可使用其他重氮化剂,例如使用亚硝基硫酸进行。在所述重氮化中,在反应介质中可存在另外的酸,例如磷酸、硫酸、乙酸、丙酸或盐酸或者这类酸的混合物,例如丙酸与乙酸的混合物。所述重氮化有利地在 $-10^{\circ}C$ 至 $30^{\circ}C$ 、例如 $0^{\circ}C$ 至室温的温度下进行。

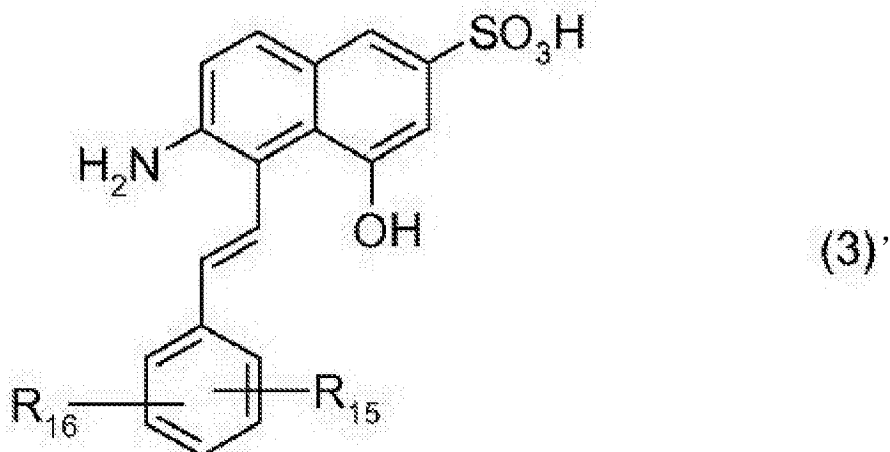
[0040] 所述重氮化胺 D_1-NH_2 和 D_2-NH_2 与所述偶合组分的偶合同样以已知方式进行,例如在酸性、水性或水性-有机介质中有利地在 $-10^{\circ}C$ 至 $30^{\circ}C$ 、特别是低于 $15^{\circ}C$ 的温度下进行。所使用的酸的实例有盐酸、乙酸、丙酸、硫酸和磷酸。

[0041] 所述式(1)的染料可以方便地与其他黄色或橙色酸性染料组合使用,所述黄色或橙色酸性染料例如为C.I.酸性黄17、C.I.酸性黄199、C.I.酸性黄219、C.I.酸性黄230、C.I.酸性黄246、C.I.酸性黄256、C.I.酸性橙156、C.I.酸性橙169和C.I.酸性橙182。

[0042] 本发明还提供二色或三色染料混合物,其包含至少一种如上定义的式(1)的黄色、橙色或棕色染料,任选结合另外的黄色染料和

[0043] 选自C.I.酸性红1、C.I.酸性红2和下式的染料的至少一种红色染料:

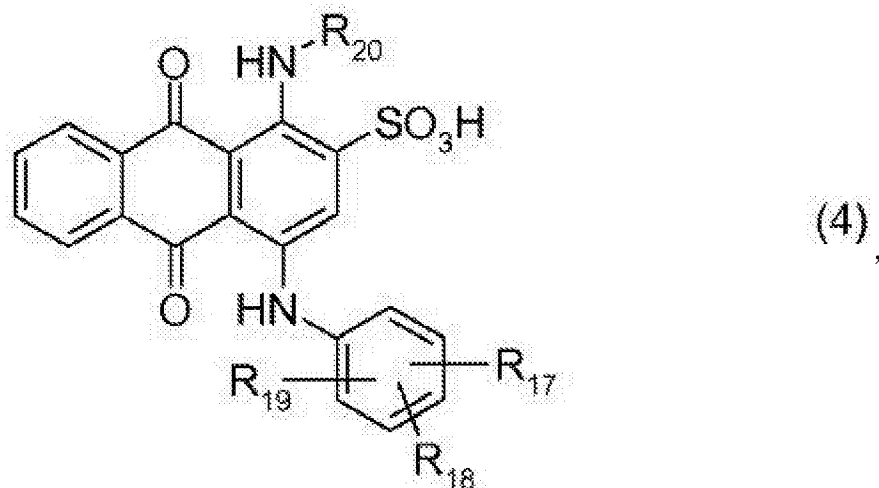
[0044]



[0045] 其中R₁₅和R₁₆各自彼此独立地为氢、C₁-C₁₂烷基、C₁-C₁₂烷氧基、乙酰氨基、丙酰氨基、卤素、三氟甲基、苯磺酰基、苯磺酰氧基、苯基氨基磺酰基、2,4-二甲基苯基氨基磺酰基或环己基甲基氨基磺酰基,

[0046] 和/或选自C.I.酸性蓝061和下式的染料的至少一种蓝色染料:

[0047]



[0048] 其中R₁₇、R₁₈和R₁₉各自彼此独立地为氢、C₁-C₁₂烷基、C₁-C₁₂烷氧基、乙酰氨基、丙酰氨基、磺基或2-羟基乙基氨基磺酰基,且R₂₀为氢或C₁-C₁₂烷基。

[0049] 可在根据本发明的二色或三色染料混合物中使用的合适的红色染料例如为C.I.酸性红1、C.I.酸性红2、C.I.酸性红042、C.I.酸性红257、C.I.酸性红266、C.I.酸性红336、C.I.酸性红337、C.I.酸性红361和C.I.酸性红426。

[0050] 可在根据本发明的二色或三色染料混合物中使用的合适的蓝色染料例如为C.I.酸性蓝040、C.I.酸性蓝061、C.I.酸性蓝062、C.I.酸性蓝072、C.I.酸性蓝258、C.I.酸性蓝277、C.I.酸性蓝277:1、C.I.酸性蓝324、C.I.酸性蓝340和C.I.酸性蓝343。

[0051] 根据本发明的染料和染料混合物适合染色或印刷含氮或含羟基的纤维材料、纸张或皮革,例如纤维素的纺织纤维材料、丝且特别是羊毛或合成聚酰胺。

[0052] 优选染色或印刷天然或合成聚酰胺纤维材料,特别是合成聚酰胺纤维材料。

[0053] 根据本发明的方法和式(1)的染料可根据常用的染色或印刷方法使用。除了包含水和所述染料之外,所述染料液或印刷浆可包含其他添加剂,例如润湿剂;消泡剂;匀染剂;或影响纺织材料的性质的试剂,例如柔软剂;用于使成品阻燃的添加剂;或抗尘、抗水及抗

油剂;以及水柔软剂,且特别是天然或合成增稠剂,例如海藻酸盐和纤维素醚。

[0054] 在染色浴或印刷浆中使用的各个染料的数量可根据所要的颜色深度而在宽范围内改变;已经证明基于欲染色的货物和所述印刷浆计算0.01-15重量%、特别是0.1-10重量%的量是有利的。

[0055] 在毯织物的情况下,诸如置换印刷(displacement printing)或间隔染色的印刷方法是重要的。

[0056] 优选染色特别是根据尽染法进行且在毯染色的情况下,其也可以根据连续法进行。

[0057] 合成的聚酰胺纤维优选在2-7、特别是2.5-5.5、更特别是2.5-4的pH值下染色。液比可在宽范围内选择,例如为1:5-1:50,优选为1:5-1:30。染色优选在80-130℃、特别是85-120℃的温度下进行。

[0058] 为了增强染色的合成聚酰胺纤维的湿牢度性质,可以在例如7-12、特别是7-9的pH值和例如30-100℃、特别是50-80℃的温度下进行后处理以除去任何未固定的染料。在强强调的情况下,例如在染色很深的颜色的情况下,特别是对于纤维共混物,未固定的染料可有利地通过向碱性后处理浴中加入例如亚硫酸氢盐如亚硫酸氢钠的还原剂来还原性地除去。已经固定在纤维材料上的染料不受该处理攻击。有利地,基于所述后处理浴的重量计算,还原剂的加入量例如为0.1-6重量%,特别是0.5-5重量%。

[0059] 以下实施例用来说明本发明。在实施例中,除非另有陈述,否则份数为重量份且百分数为重量%。温度以摄氏度给出。在重量份与体积份之间的关系与克与立方厘米之间的关系相同。

[0060] I. 制备实施例

[0061] 实施例I.1

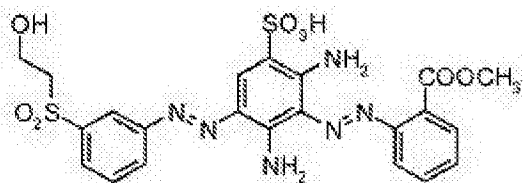
[0062] A. 第一偶合:

[0063] 在搅拌下在室温(RT)下将20.1g (0.10mol)的无水3-(2-羟基乙基磺酰基)苯胺悬浮在25%乙酸中。将这样得到的灰褐色悬浮液加热到30℃且向其中加入10ml 32%盐酸。将所得澄清溶液冷却到2℃且随后加入2.5ml 4N-NaNO₂溶液。在2-5℃下搅拌该混合物20分钟且然后在5分钟内将该澄清溶液滴入16.0g 2,4-二氨基苯磺酸的水溶液中。通过在30分钟内加入30% NaOH,pH增加到0.4且温度升高到55℃。在冷却到室温之后,通过加入32%盐酸将pH调节到0.4。随后,将混合物冷却到16℃,此时灰褐色固体沉淀,将其通过过滤分离。

[0064] B. 第二偶合:

[0065] 将16.0g (0.10mol) 2-氨基苯甲酸甲基醚和38ml 32% HCl加到250ml水中。将所得悬浮液冷却到2℃且随后加入2.5ml 4N NaNO₂溶液。在0-5℃下搅拌5分钟之后,通过加入0.9g氨基磺酸破坏过量的亚硝酸盐。在10℃下在10分钟内将这样得到的溶液滴到在步骤A中制备的单偶氮化合物的水溶液中,同时通过加入30% NaOH而将pH保持在5.0。将该溶液搅拌过夜且将所得悬浮液经吸滤器过滤,在干燥之后得到以下结构的橙色染料:

[0066]

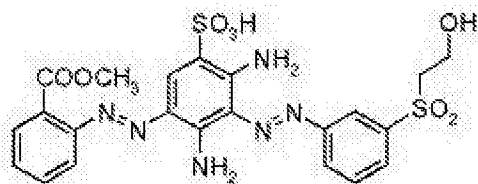


(101a),

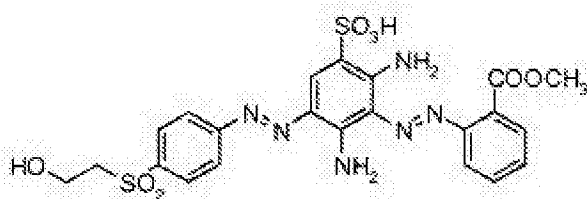
 $\lambda_{\max} = 397 \text{ nm}$ [0067] ($\lambda_{\max}$ = 最大吸收波长)。

[0068] 式(101a)的化合物将PA染色成具有良好综合牢固性质的橙色色调。

[0069] 实施例I.2-I.93:通常根据在实施例I.1中描述的程序,可制备以下染料,其以良好综合牢固性质染色PA。



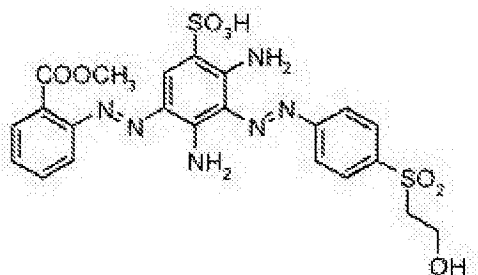
(101b),

 $\lambda_{\max} = 394 \text{ nm}$ 

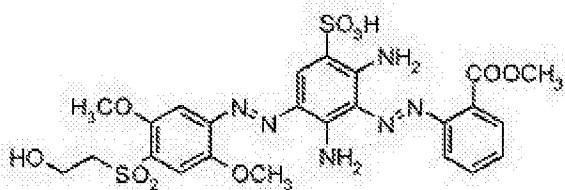
(102a),

 $\lambda_{\max} = 401 \text{ nm}$

[0070]

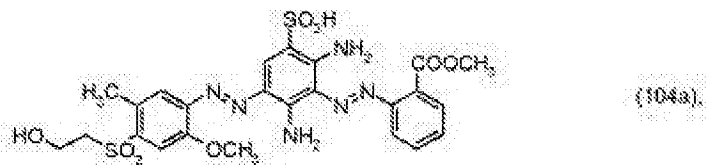
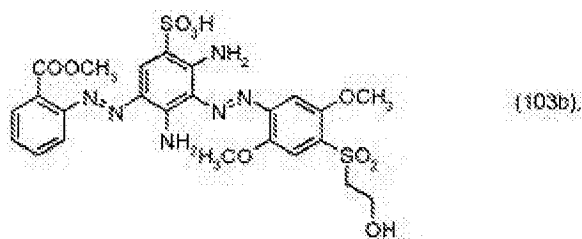
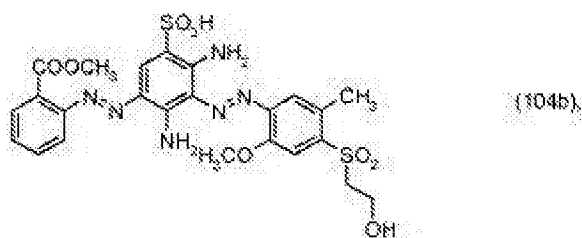
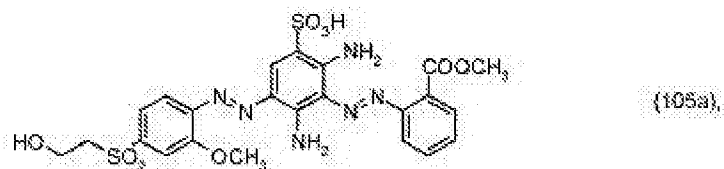


(102b),

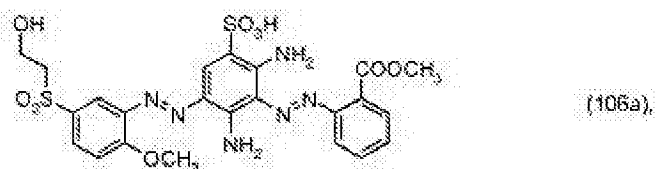
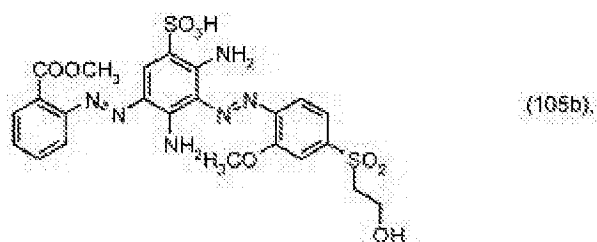
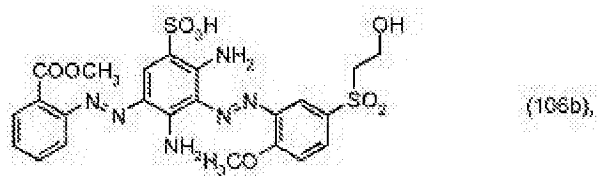
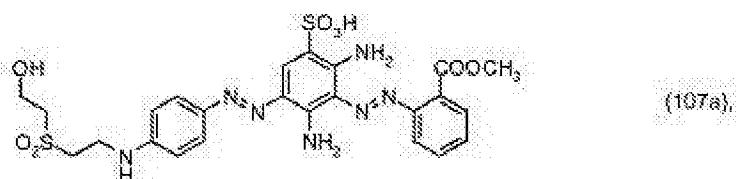


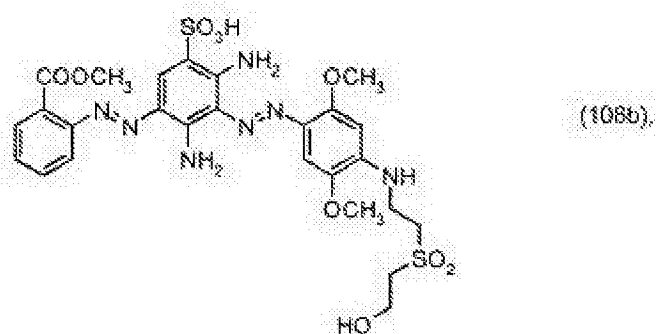
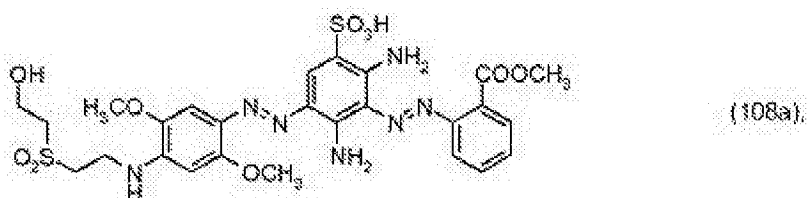
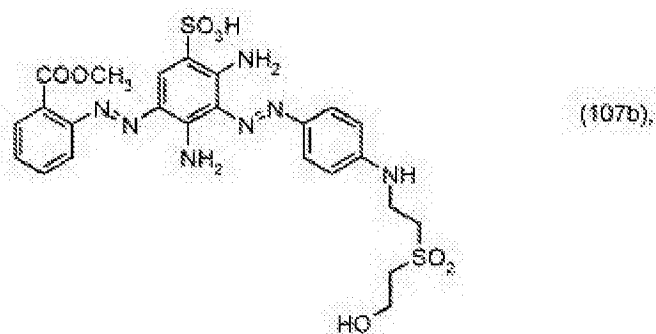
(103a),

 $\lambda_{\max} = 461 \text{ nm}$

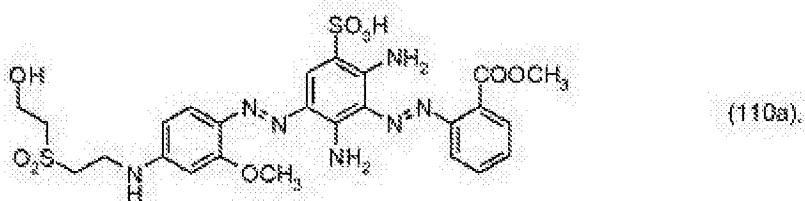
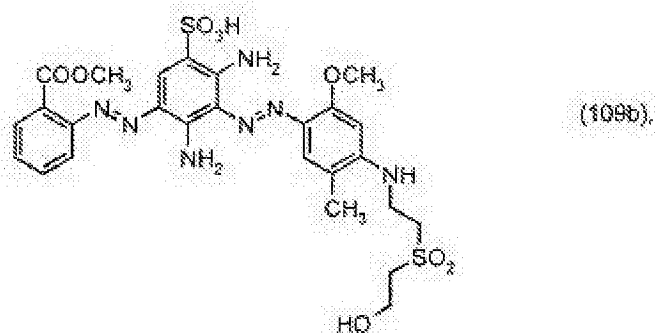
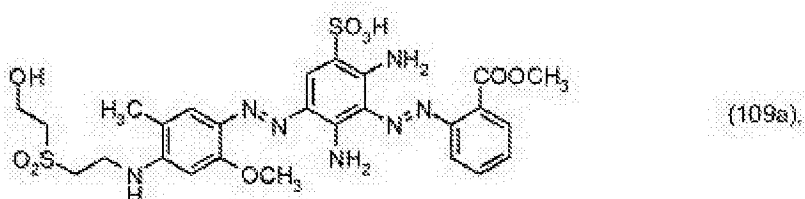

 $\lambda_{\max} = 414 \text{ nm}$

 $\lambda_{\max} = 420 \text{ nm}$


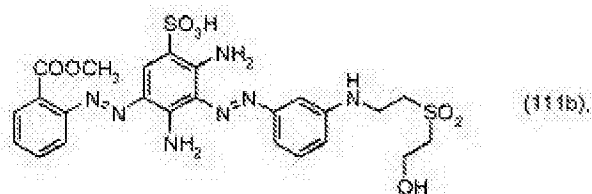
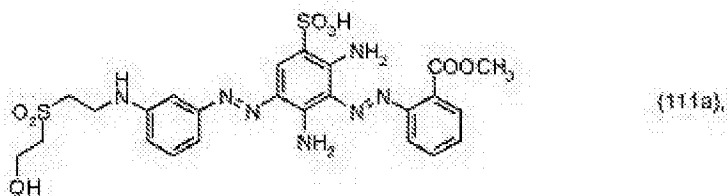
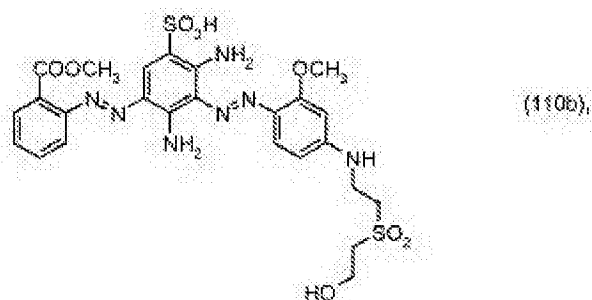
[0071]


 $\lambda_{\max} = 399 \text{ nm}$

 $\lambda_{\max} = 408 \text{ nm}$


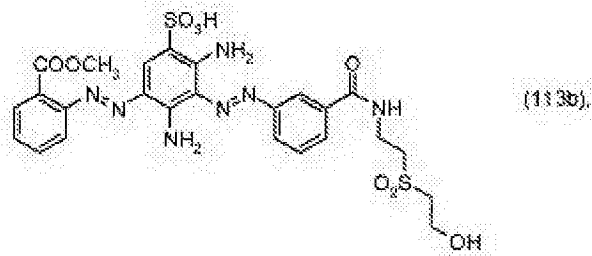
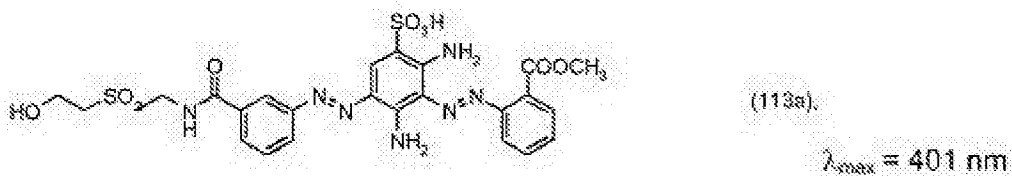
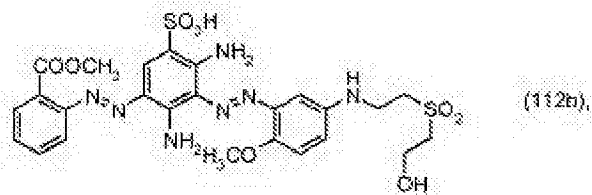
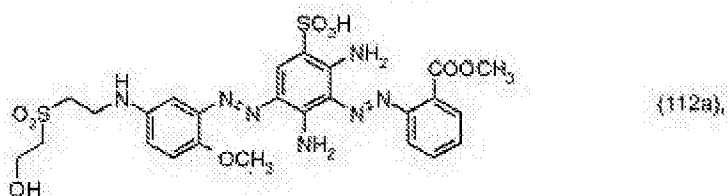


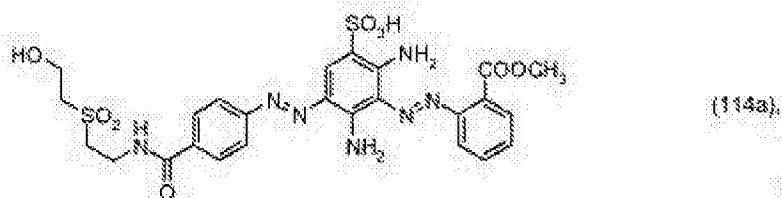
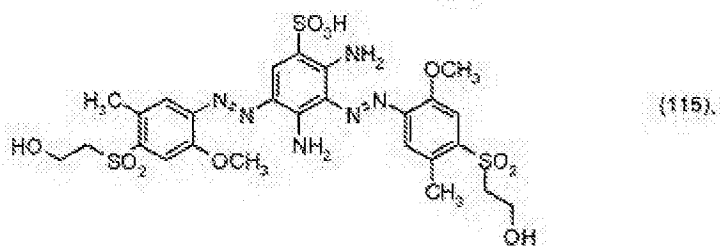
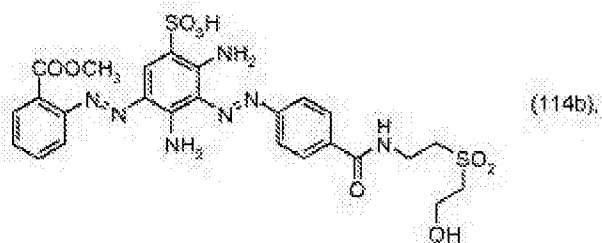
[0072]



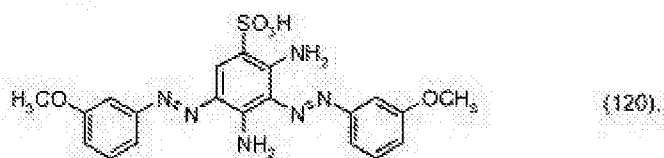
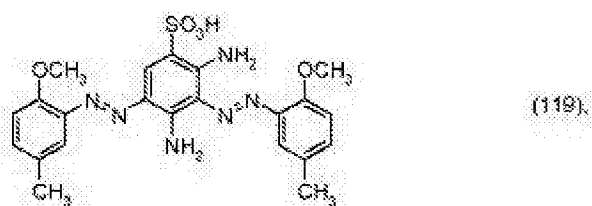
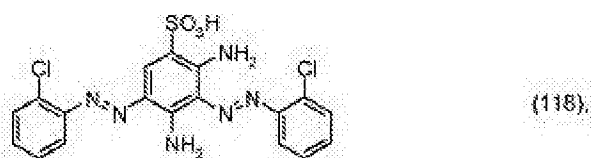
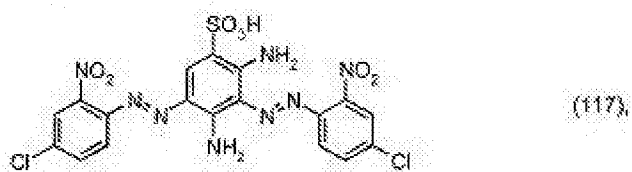
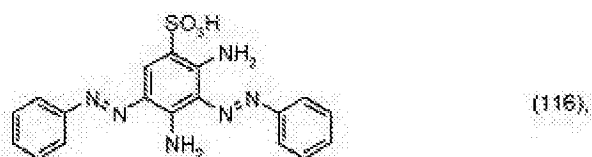


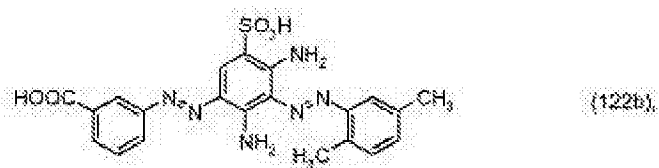
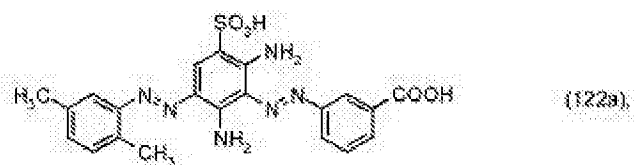
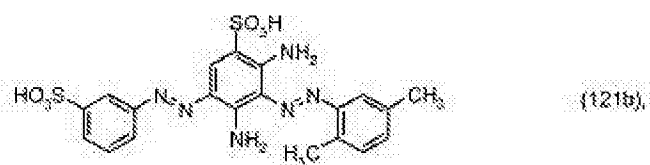
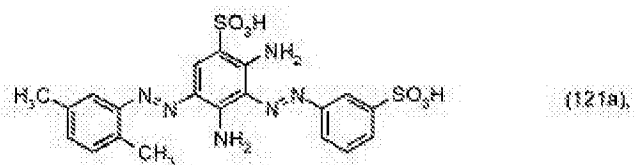
[0073]



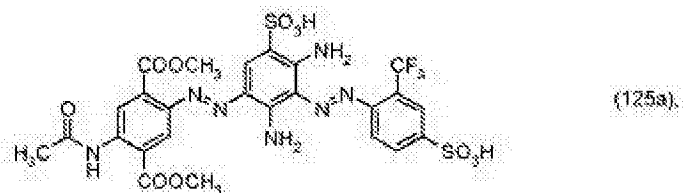
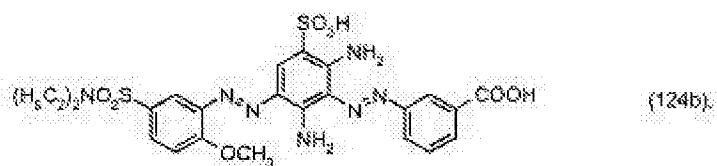
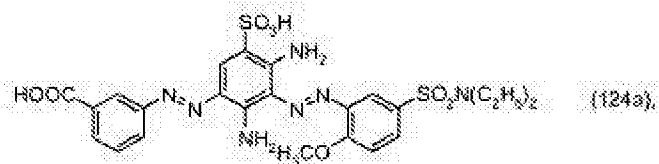
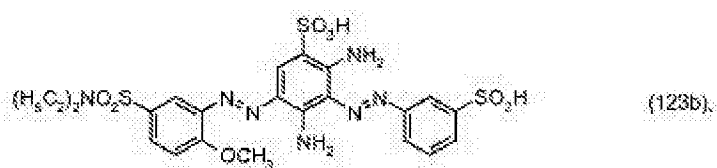
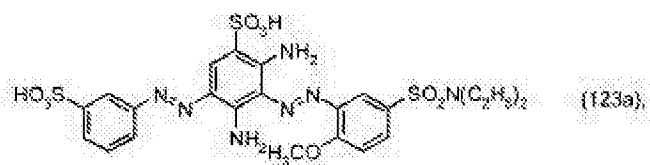
 $\lambda_{\max} = 401 \text{ nm}$  $\lambda_{\max} = 497 \text{ nm}$

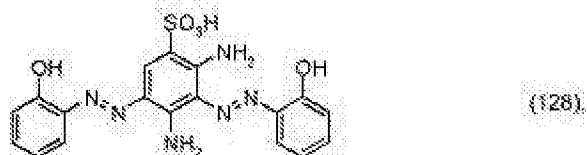
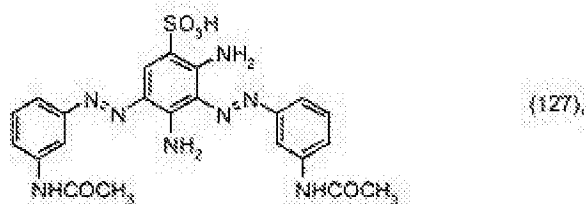
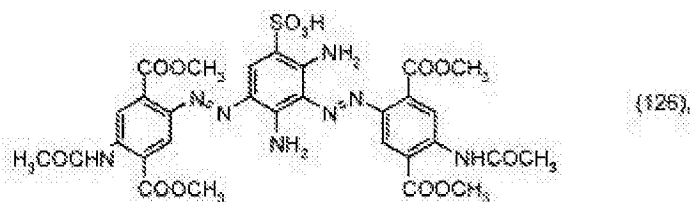
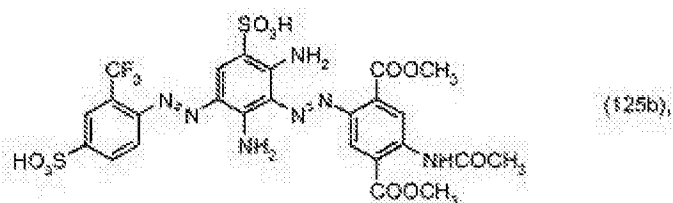
[0074]



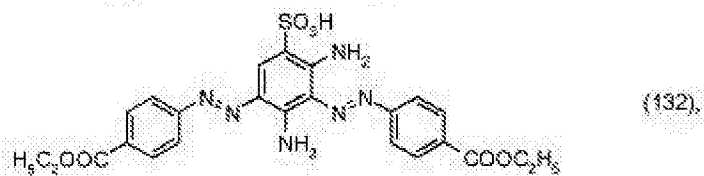
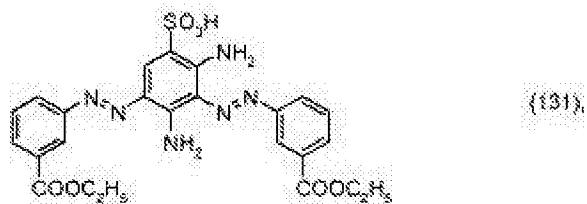
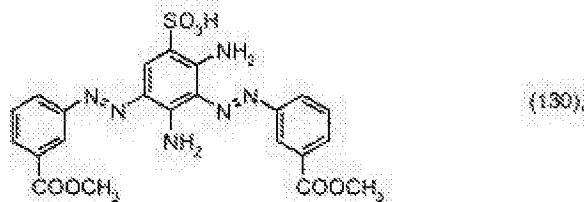
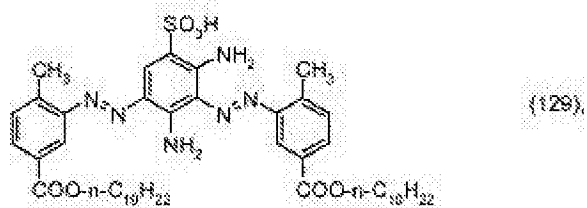


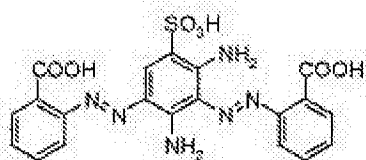
[0075]



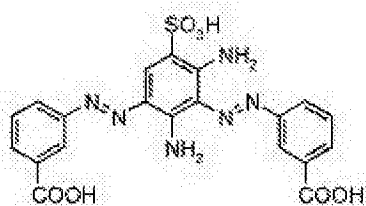


[0076]

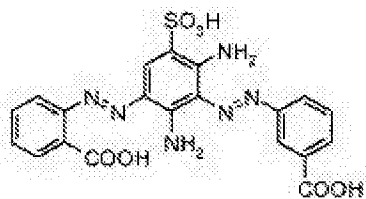




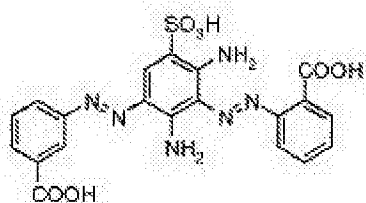
(133),



(134),

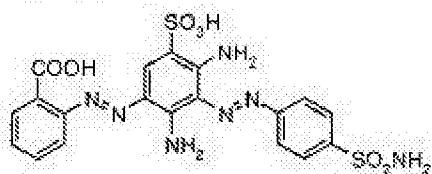
 $\lambda_{\max} = 393 \text{ nm}$ 

(135a),

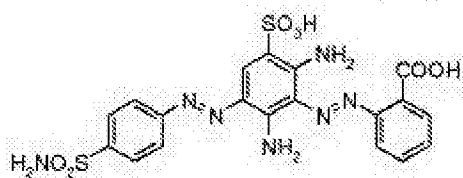


(135b),

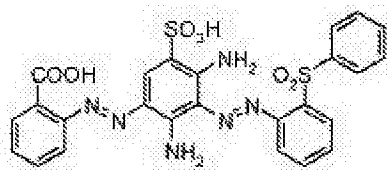
[0077]



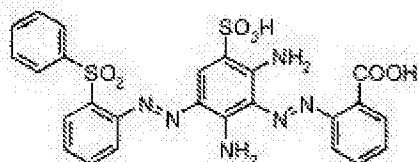
(136a),



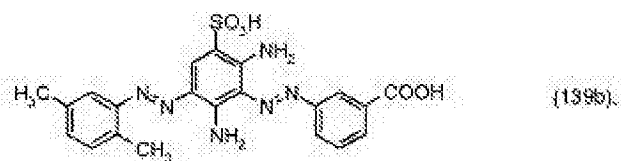
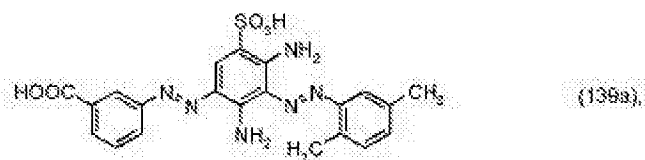
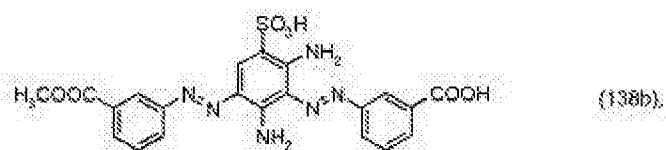
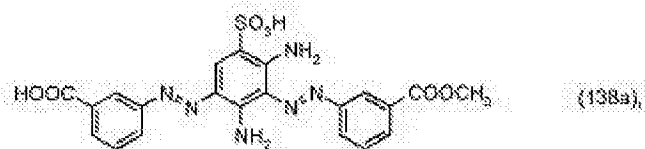
(136b),



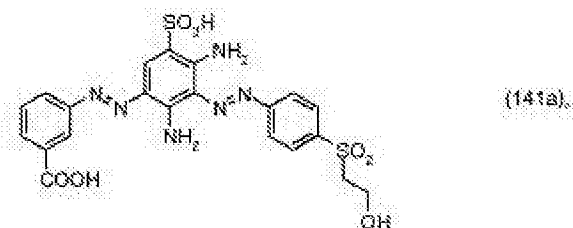
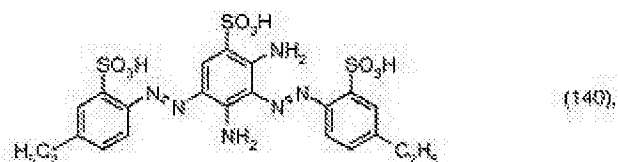
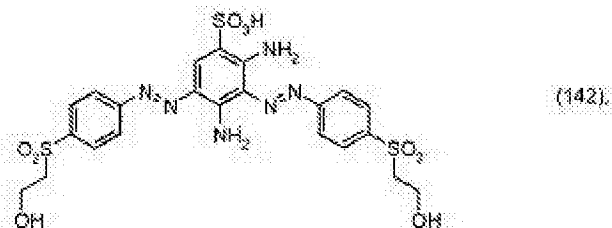
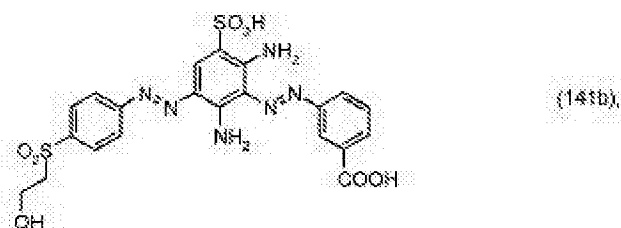
(137a),

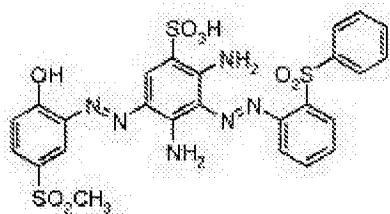


(137b),

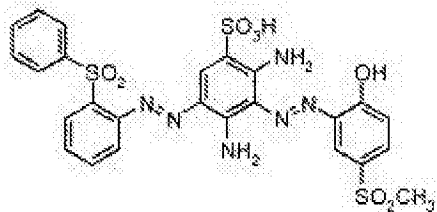


[0078]

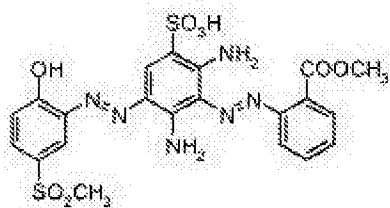
 $\lambda_{\max} = 398 \text{ nm}$  $\lambda_{\max} = 407 \text{ nm}$



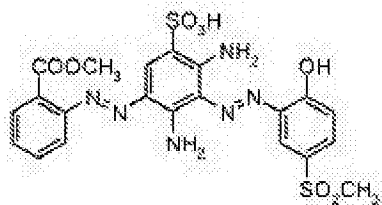
(143a).



(143b).

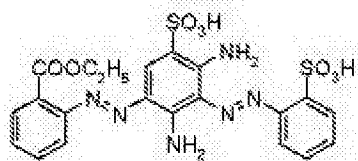


(144a).

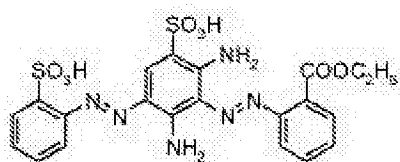
 $\lambda_{\max} = 400 \text{ nm}$ 

(144b).

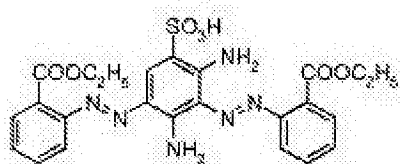
[0079]



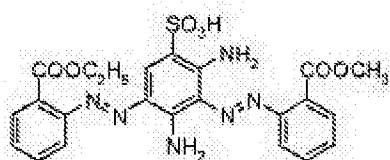
(145a).



(145b).

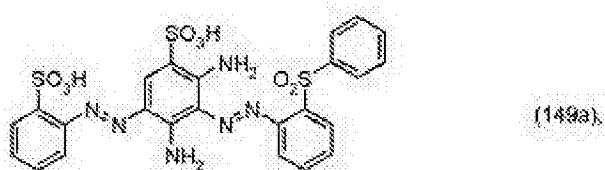
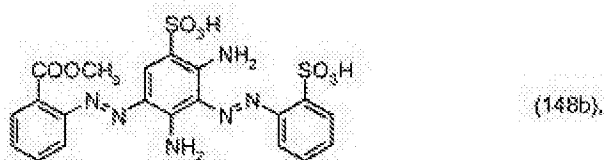
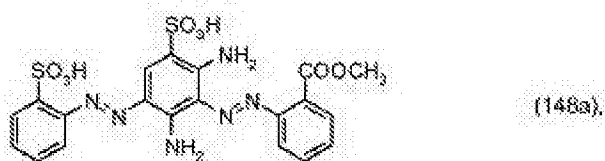
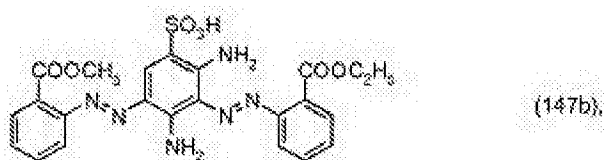


(146).

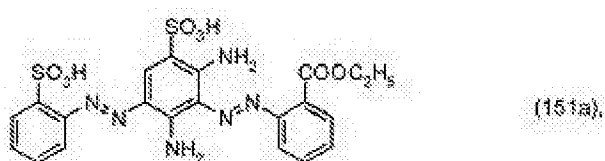
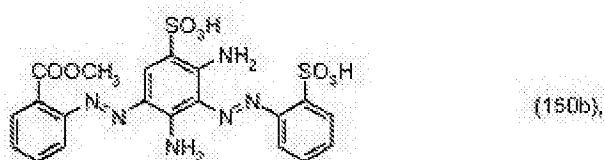
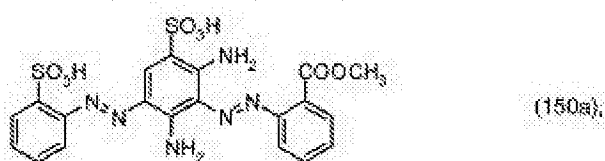
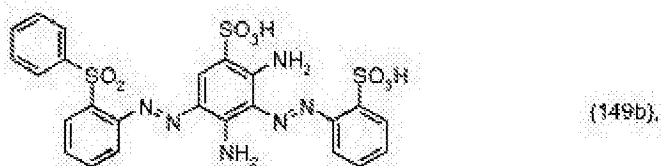
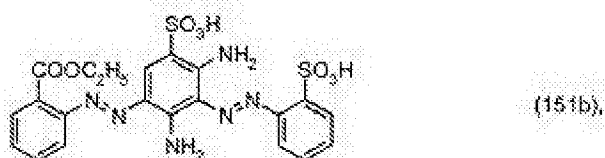


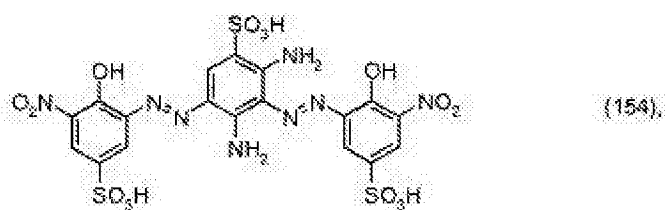
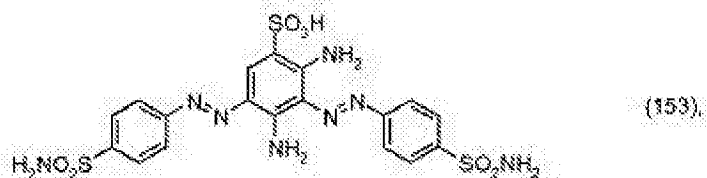
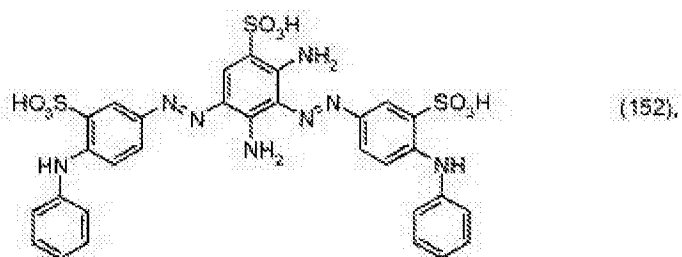
(147a).

 $\lambda_{\max} = 482 \text{ nm}$

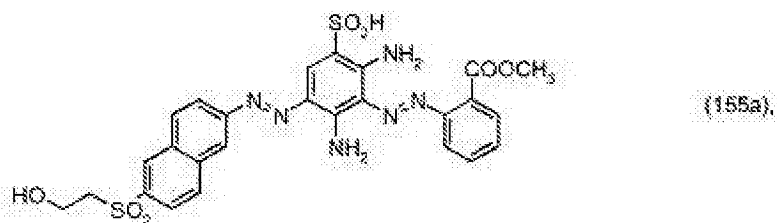
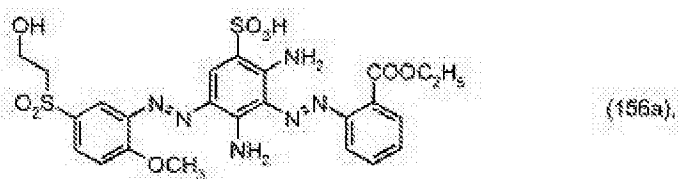
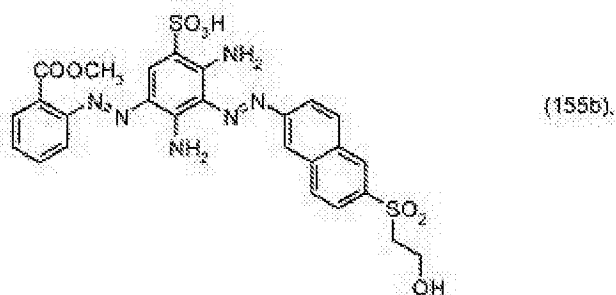
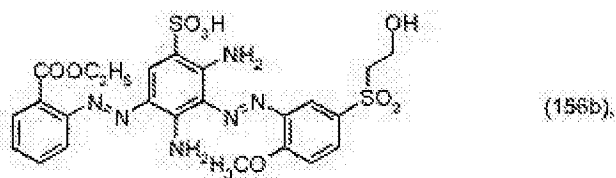

 $\lambda_{\max} = 407 \text{ nm}$

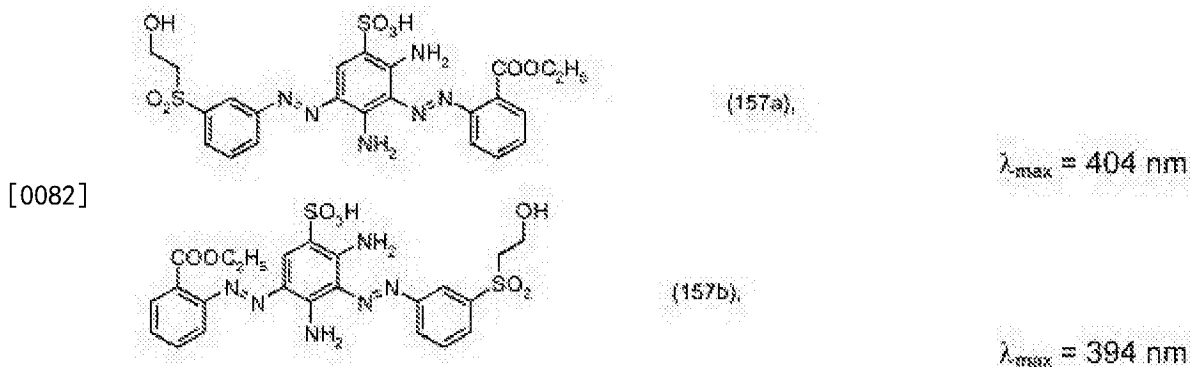
[0080]


 $\lambda_{\max} = 398 \text{ nm}$




[0081]

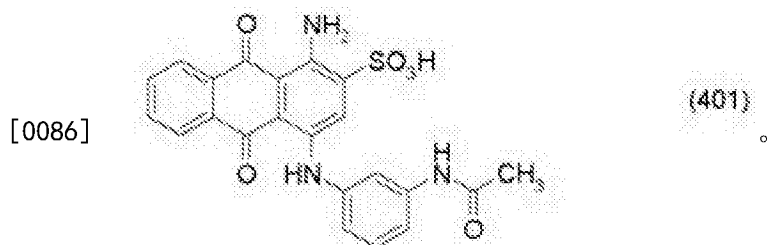
 $\lambda_{\max} = 402 \text{ nm}$  $\lambda_{\max} = 414 \text{ nm}$  $\lambda_{\max} = 454 \text{ nm}$



[0083] II. 应用实施例

[0084] II. 相容性试验

[0085] 将聚酰胺-6,6纤维材料的10个试样(1g Helanca平针织物,5-4112/13)在分别含有式(101a)或(106a)的橙色染料以及式(401)的蓝色染料的水性液中染色。



[0087] 将式(101a)、(106a)和(401)的染料以足以获得 $\frac{1}{2}$ SD橙色和 $\frac{1}{2}$ SD蓝色的色强度的量施用。

[0088] 该液体使用80%乙酸调节到pH为3且使其在40分钟的过程中沸腾并维持在沸腾温度下。每3分钟从该液体中移出一个试样,用冷去离子水漂洗(3分钟),用70℃的去离子水漂洗(3分钟)且再次用冷去离子水漂洗(3分钟)并干燥。随后将试样与目标色调(nuance)相比较。式(101a)和(106a)的染料的尽染率(exhaust rate)与式(401)的染料的尽染率相等。这些结果明确表明,式(101a)和(106a)的橙色染料与式(401)的蓝色染料的良好相容性。

[0089] 实施例II.1:

[0090] 将PA 6,6毯织物的样品在高温尽染法中在98℃下在含有1%的染料(101a)或(106a)之一的染浴中染色。所得染色品对于升华、洗涤和汗表现出 ≥ 4 的牢度值。