



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT  
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤① Int. Cl.<sup>3</sup>: C 09 B 29/085  
D 06 P 3/06

**Patentgesuch für die Schweiz und Liechtenstein**

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ **AUSLEGESCHRIFT** A3

⑪

**619 090 G**

④① Gesuchsnummer: 11716/75

④② Anmeldungsdatum: 10.09.1975

④③ Priorität(en): 11.09.1974 DE 2443482

④④ Gesuch bekanntgemacht: 15.09.1980

④④ Auslegeschrift veröffentlicht: 15.09.1980

⑦① Patentbewerber:  
Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen (DE)

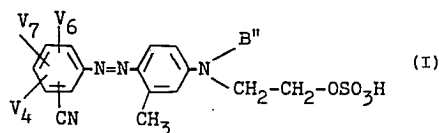
⑦② Erfinder:  
Winfried Kruckenberg, Leverkusen (DE)

⑦④ Vertreter:  
E. Blum & Co., Zürich

⑤⑥ Recherchenbericht siehe Rückseite

**⑤④ Verfahren zur Herstellung von wasserlöslichen Monoazofarbstoffen.**

⑤⑦ Es werden wasserlösliche Monoazofarbstoffe, die in Form der freien Säure der Formel



entsprechen, worin

B'' Aethyl, n-Propyl oder Propenyl,

V<sub>4</sub> Wasserstoff, Chlor oder Cyano,

V<sub>6</sub> Wasserstoff oder Methyl und

V<sub>7</sub> Wasserstoff, Chlor oder Methyl bedeuten,

hergestellt. Diese Farbstoffe werden erhalten, indem man ein entsprechend substituiertes diazotiertes Amin mit einer Anilinverbindung kuppelt.

Die neuen Farbstoffe werden zum Färben von natürlichen und synthetischen amidgruppenhaltigen Materialien verwendet.



Bundesamt für geistiges Eigentum  
Office fédéral de la propriété intellectuelle  
Ufficio federale della proprietà intellettuale

## RAPPORT DE RECHERCHE RECHERCHENBERICHT

Demande de brevet No.:  
Patentgesuch Nr.:

CH 11716/75

I.I.B. Nr.:  
HO 11 588

### Documents considérés comme pertinents Einschlägige Dokumente

| Catégorie<br>Kategorie | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes.<br>Kennzeichnung des Dokuments, mit Angabe, soweit erforderlich, der massgeblichen Teile | Revendications con-<br>cernées<br>Betrifft Anspruch<br>Nr. |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |
|------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                        | <p><u>GB - A - 757 361</u> (I.C.I.)</p> <p>- Seite 1, Zeile 12-25; Ansprüche 2 und 3</p>                                                                                  | 5,6,7                                                      |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |
|                        | <p><u>US - A - 2 474 737</u> (HEYWOOD)</p> <p>- Spalte 1, Zeile 5-15</p>                                                                                                  | 6,7                                                        | Domaines techniques recherchés<br>Recherchierte Sachgebiete<br>(INT. CL. <sup>2</sup> )                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |
|                        | <p><u>US - A - 2 387 987</u> (FELEX, ZURCHER)</p> <p>- Seite 1, linke Spalte, Absatz 1.</p>                                                                               | 6,7                                                        |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |
|                        | <p><u>US - A - 2 257 788</u> (DAUDT, KVALNES)</p> <p>- Seite 1, linke Spalte, Absatz 4 bis<br/>rechte Spalte, Zeile 14.</p> <p>-----</p>                                  | 6,7                                                        |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |
|                        |                                                                                                                                                                           |                                                            | <p><b>Catégorie des documents cités</b><br/><b>Kategorie der genannten Dokumente:</b></p> <p>X: particulièrement pertinent<br/>von besonderer Bedeutung</p> <p>A: arrière-plan technologique<br/>technologischer Hintergrund</p> <p>O: divulgation non-écrite<br/>nichtschriftliche Offenbarung</p> <p>P: document intercalaire<br/>Zwischenliteratur</p> <p>T: théorie ou principe à la base de<br/>l'invention<br/>der Erfindung zugrunde liegende<br/>Theorien oder Grundsätze</p> <p>E: demande faisant interférence<br/>kollidierende Anmeldung</p> <p>L: document cité pour d'autres raisons<br/>aus andern Gründen angeführtes<br/>Dokument</p> <p>&amp;: membre de la même famille, document<br/>correspondant<br/>Mitglied der gleichen Patentfamilie;<br/>übereinstimmendes Dokument</p> |

### Etendue de la recherche/Umfang der Recherche

Revendications ayant fait l'objet de recherches  
Recherchierte Patentansprüche:

Revendications n'ayant pas fait l'objet de recherches  
Nicht recherchierte Patentansprüche:

Raison:  
Grund:

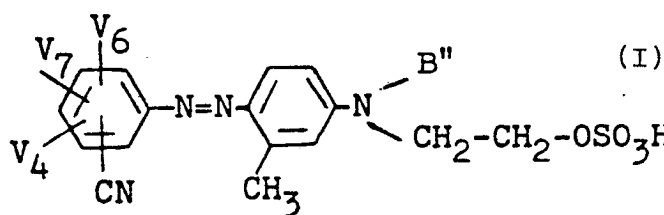
Date d'achèvement de la recherche/Abschlussdatum der Recherche

Examineur I.I.B./I.I.B. Prüfer

29. Juni 1976

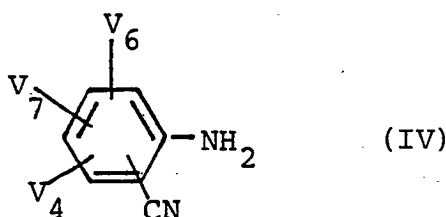
## PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung wasserlöslicher Monoazofarbstoffe, die in Form der freien Säure der Formel

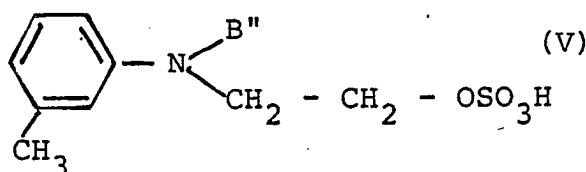


entsprechen, worin

B'' Äthyl, n-Propyl oder Propenyl,  
V4 Wasserstoff, Chlor oder Cyano,  
V6 Wasserstoff oder Methyl und  
V7 Wasserstoff, Chlor oder Methyl bedeuten,  
dadurch gekennzeichnet, dass man diazotierte Amine der Formel

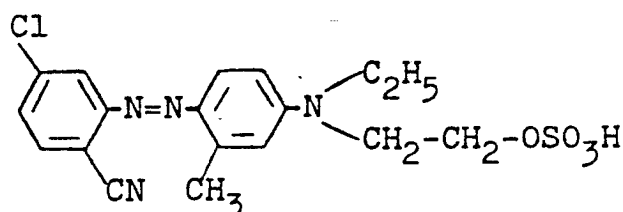


mit Verbindungen der Formel



kuppelt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man einen Farbstoff der Formel

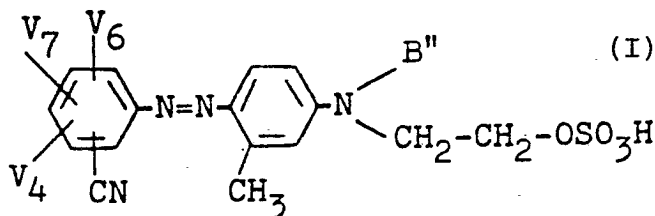


herstellt.

3. Verwendung der nach dem Verfahren gemäß Anspruch 1 erhaltenen Farbstoffe zum Färben von natürlichen und synthetischen amidgruppenhaltigen Materialien.

4. Verwendung nach Anspruch 3 des gemäß Anspruch 2 erhaltenen Farbstoffes.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung wasserlöslicher Azofarbstoffe die in Form der freien Säure der Formel

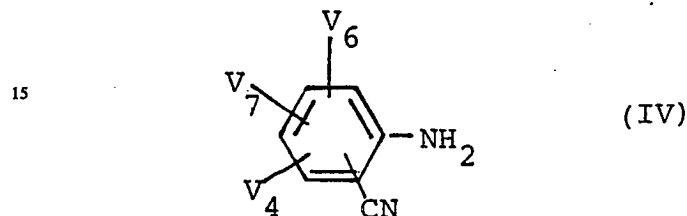


entsprechen, worin

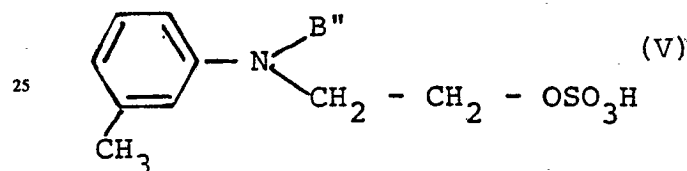
B'' Äthyl, n-Propyl oder Propenyl,  
V4 Wasserstoff, Chlor oder Cyano,  
V6 Wasserstoff oder Methyl und  
V7 Wasserstoff, Chlor oder Methyl bedeuten.

Ebenfalls bezieht sich die vorliegende Erfindung auf die Verwendung der erfindungsgemäss herstellbaren Farbstoffe zum Färben von natürlichen und synthetischen amidgruppenhaltigen Materialien.

Die neuen Farbstoffe werden erfindungsgemäss erhalten, indem man diazotierte Amine der Formel



mit Verbindungen der Formel



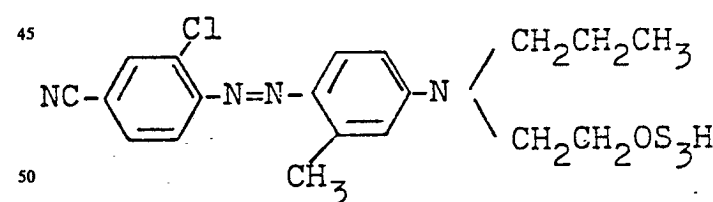
30 kuppelt.

Geeignete Diazokomponenten der Formel IV sind beispielsweise 2,4-Dicyanoanilin, 3,4-Dicyanoanilin, 2,6-Dicyano-4-methylanilin, 2,5-Dichlor-4-cyanoanilin, 3-Chlor-4-cyanoanilin, 2-Cyano-5-chloranilin, 2,4-Dicyano-3,5-dimethylanilin, 2,4-Dicyano-6-methylanilin.

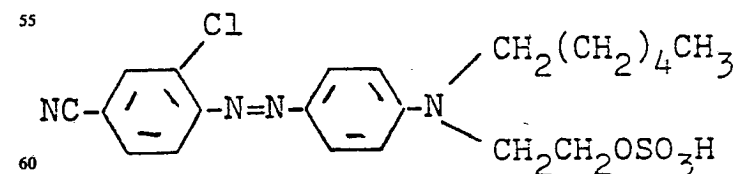
Die Farbstoffe der Formel I eignen sich vorzüglich zum Färben von natürlichen und synthetischen amidgruppenhaltigen Fasermaterialien, insbesondere synthetischen Superpolyamiden nach an sich bekannten Färbeverfahren.

Die erhaltenen Färbungen zeichnen sich durch besondere Klarheit und gute Allgemeinechtheiten aus.

Überraschenderweise zeigt der erfindungsgemässe Farbstoff der Formel



gegenüber dem aus der GB-PS 757 361, Beispiel 1 bekannten Farbstoff der Formel



höhere Nassechtheiten – insbesondere Heisswasserechtheit nach DIN 54 047 und Schweissechtheit nach DIN 54 020 – der Färbungen auf Polyamid.

## Beispiel 1

a) 35,8 g N-Äthyl-N-(2-hydroxyäthyl)-3-methylanilin werden mit 58,3 g Pyridin vermischt. Dazu tropft man unter

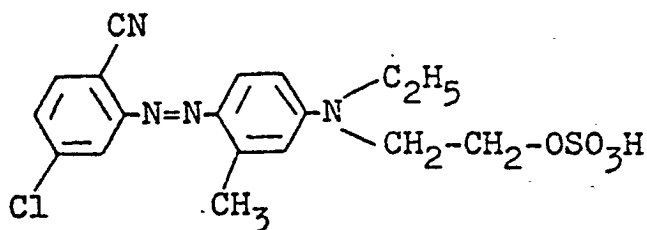
Rühren und Kühlen unterhalb 25° C 27 g Chlorsulfonsäure und leitet anschliessend 8 g Ammoniakgas ein.

Danach werden 41 g Pyridin unter vermindertem Druck abdestilliert. Man versetzt mit 60 ml Wasser, destilliert wiederum unter vermindertem Druck 51 g Pyridin-Wasser-Gemisch ab und verdünnt mit 40 ml Wasser.

Man erhält eine wässrige Lösung von N-Äthyl-N-(2-sulfatoäthyl)-3-methylanilin.

b) 15,3 g 5-Chlor-2-cyanoanilin werden in 137 g 96%iger Schwefelsäure mit 17 ml Nitrosylschwefelsäure diazotiert und unter Rühren auf 400 g Eis gegossen. Man zerstört den Nitritüberschuss mit Amidosulfonsäure und tropft die Lösung des diazotierten Amins innerhalb von 30 bis 45 Minuten zu 71 g der nach a) erhaltenen Lösung und rührt 4 Stunden nach.

Der Farbstoff wird durch Absaugen, Waschen und Trocknen isoliert und entspricht der Formel



### Beispiel 2

0,1 g des nach Beispiel 1(b) erhaltenen Farbstoffs werden in 100 ml Wasser heiss gelöst. Man setzt 5 ml 10%iges Ammoniumacetat zu und verdünnt mit Wasser auf ein Volumen von 500 ml.

In das Färbebad werden 10 g eines Polyamidgewebes gegeben. Man erhitzt innerhalb von 20 Minuten zum Kochen, setzt 4 ml 10%ige Essigsäure zu und hält eine Stunde auf Kochtemperatur. Danach wird gespült und bei 70 bis 80° C getrocknet.

Man erhält ein sehr lichteht, klar und brillant in scharlachrotem Ton gefärbtes Polyamidgewebe.

### Beispiel 3

Weitere Farbstoffe in den angegebenen Nuancen werden nach der Vorschrift von Beispiel 1(b) erhalten, wenn man die in der folgenden Tabelle angegebenen Diazo- und Kupplungs-

| Nr. | Diazokomponente                | Kupplungskomponente                          | Farbton               |
|-----|--------------------------------|----------------------------------------------|-----------------------|
| 1   | 2,4-Dicyano-3,5-dimethylanilin | N-Äthyl-N-(2-sulfatoäthyl)-3-methyl-anilin   | blaustichig<br>rot    |
| 2   | 2,5-Dicyanoanilin              | N-Äthyl-N-(2-sulfatoäthyl)-3-methyl-anilin   | gelbstichig<br>rot    |
| 3   | 2,4-Dicyanoanilin              | N-Äthyl-N-(2-sulfatoäthyl)-3-methyl-anilin   | blaustichig<br>rot    |
| 4   | 2,5-Dimethyl-4-cyanoanilin     | N-Äthyl-N-(2-sulfatoäthyl)-3-methyl-anilin   | gelbstichig<br>orange |
| 5   | 2,6-Dicyano-4-methylanilin     | N-Äthyl-N-(2-sulfatoäthyl)-3-methyl-anilin   | Orange                |
| 6   | 2,4-Dicyano-6-methylanilin     | N-Äthyl-N-(2-sulfatoäthyl)-3-methyl-anilin   | blaustichig<br>rot    |
| 7   | 3,4-Dicyanoanilin              | N-Äthyl-N-(2-sulfatoäthyl)-3-methyl-anilin   | Scharlach             |
| 8   | 2,4-Dicyanoanilin              | N-Propenyl-N-(2-sulfatoäthyl)-3-methylanilin | blaustichig<br>rot    |
| 9   | 2,4-Dicyanoanilin              | N-Propyl-N-(2-sulfatoäthyl)-3-methyl-anilin  | blaustichig<br>rot    |