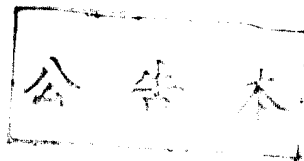


203085

|      |           |
|------|-----------|
| 申請日期 | 80年11月13日 |
| 案 號  | 80108921  |
| 類 別  | 67/26     |

A4  
C4

(以上各欄由本局填註)

發明  
新型專利說明書

|              |               |                                                                                   |
|--------------|---------------|-----------------------------------------------------------------------------------|
| 一、發明<br>創作名稱 | 中 文           | 水溶性偶氮化合物，彼之製法及用途                                                                  |
|              | 英 文           | Water soluble azo compounds, preparation thereof and use thereof as dyes          |
| 二、發明<br>創作人  | 姓 名           | 裴格·丹漢<br>Dannheim Jorg                                                            |
|              | 籍 貫<br>(國籍)   | 德國                                                                                |
|              | 住、居所          | 德國緬因河畔法蘭克福·史柏格街32號<br>StrubbergstraBe 32, D-6000 Frankfurt am Main<br>90, Germany |
| 三、申請人        | 姓 名<br>(名稱)   | 赫斯特化工廠<br>Hoechst Aktiengesellschaft                                              |
|              | 籍 貫<br>(國籍)   | 西德                                                                                |
|              | 住、居所<br>(事務所) | 西德緬因河畔法蘭克福80D6230<br>D-6230 Frankfurt am Main 80, Federal Republic<br>of Germany  |
|              | 代表人<br>姓 名    | 亞伯特·英吉哈德 Engelhardt Albrecht<br>烏里奇·特格 Tergau Ulrich                              |

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

## 五、發明說明(1)

本發明有關纖維反應性染料之範疇。

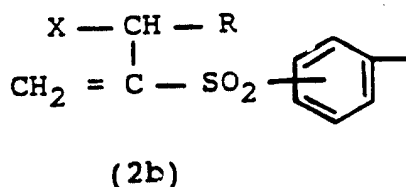
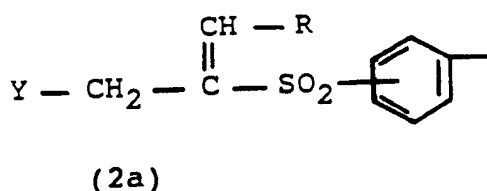
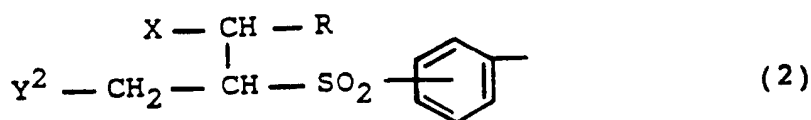
已發現式(1)之新穎水溶性偶氮化合物



具可用之纖維反應性染料性質。

此式(1)中，定義如下：

D 為基團式(2)，(2a)或(2b)



式中

Y 為可藉鹼形成乙烯基消除之取代基，

附於苯環之磺醯基相對於自由鍵為間位或對位，

$Y^2$  具 Y 定義之一或為羥基，磺醯基較好鍵結於苯環相對於自由鍵為間或對位之處，

X 為氯或溴，較好為氯，且

R 為氫，具 1 至 4 碳原子之烷基，苯基或鹵素，諸如氯或溴，但氫為佳；

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(2)

K 為可單偶聯之基，較好為水溶性偶聯組份，其可另含偶氮基，或可雙偶聯之基，較好為水溶性偶聯組份，各選自胺基苯，酚，尤其是其磺酸及羧酸，苯酚，尤其是其磺酸及羧酸，胺苯酚，尤其是其磺酸，醯胺苯酚，尤其是其磺酸，其具有烷-或烯-羧酸（其烷或烯基各具1至4或2至4碳原子）或芳羧酸，諸如苯酸，或芳磺酸，諸如苯-或甲苯-磺酸，或N-取代胺基甲酸，諸如N-苯基-脲基，或來自二羥苯磺酸，苯偶氮-及苯偶氮-胺苯酚磺酸，5-吡唑啉酮及5-胺基吡唑，乙醯芳族化物者之醯基，且K除了習用於染料之取代基外亦包括式 $-SO_2-Y'$ 之纖維反應性基，式中 $Y'$ 為乙烯基或式

$-CH_2-CH_2-Y$ 之基，式中Y具上述定義之一。

碱可消除之取代基Y為例如鹵原子，諸如溴及氯，氰基，三烷銨基，其烷基各具1至4碳原子，諸如三甲銨及三乙銨，有機羧及磺酸之酯基，諸如具2至5碳原子之烷醯氧基，例如乙醯氧，或磺苯醯氧，苯醯氧，苯磺醯氧或甲苯磺醯氧基，及磷酸根絡，硫酸根絡及硫代硫酸根絡基。較佳之Y為氯。

磺基為式 $-SO_3M$ 之基，羧基為式 $-COOM$ 之基，硫酸根絡基為式 $-OSO_3M$ 之基，硫代硫酸根絡基為式 $-S-SO_3M$ 之基且磷酸根絡基為式 $-OPO_3M_2$ 之基，其中

M 為氫原子或形成鹽之金屬原子，尤其是碱金屬原子，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

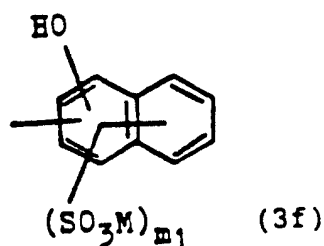
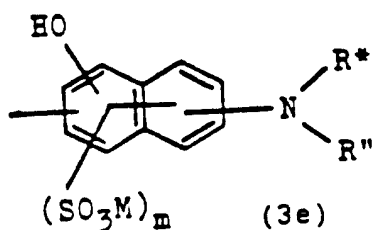
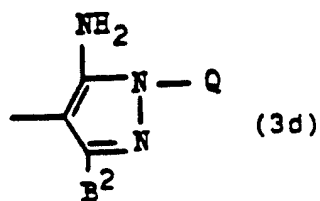
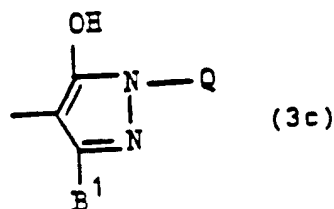
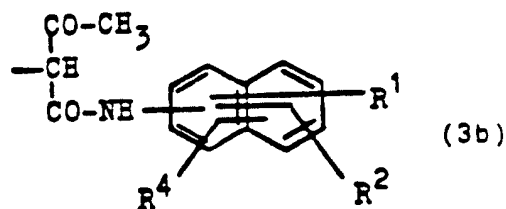
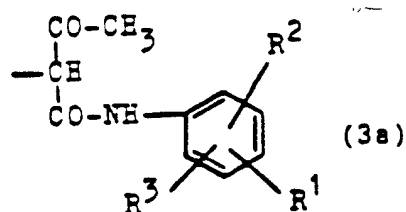
訂

線

## 五、發明說明(3)

例如鈉，鉀或鋰。

新穎之式(1)化合物中，值得注意的為式中K為下式(3a)，(3b)，(3c)，(3d)，(3e)，(3f)，(3g)，(3h)，(3i)，(3k)，(3m)，(3n)，(3p)，(3q)，(3r)，(3s)，(3t)，(3v)及(3w)之基者：



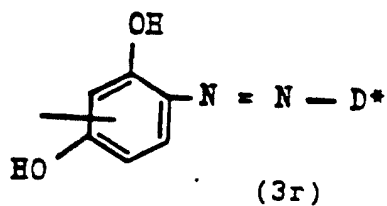
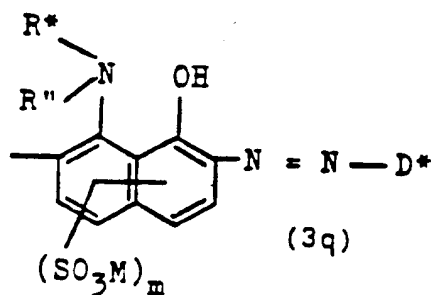
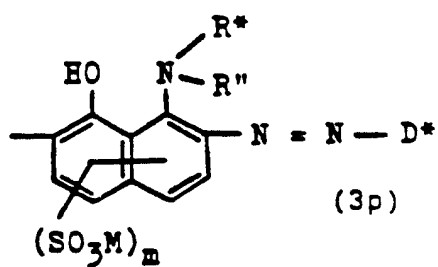
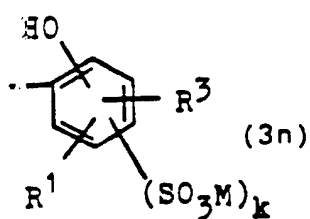
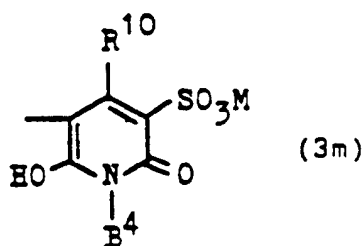
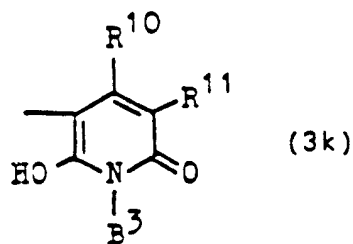
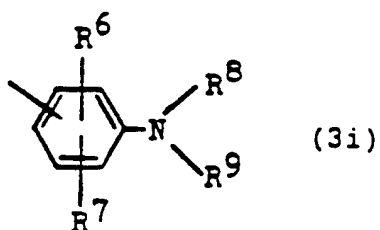
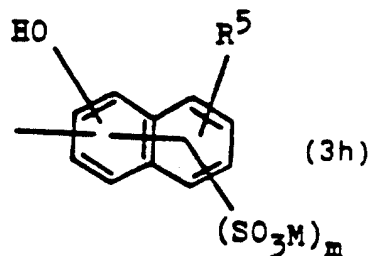
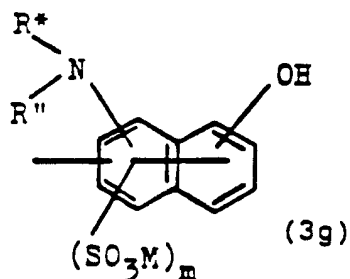
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

打

線

## 五、發明說明(4)



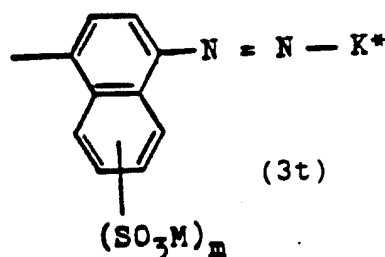
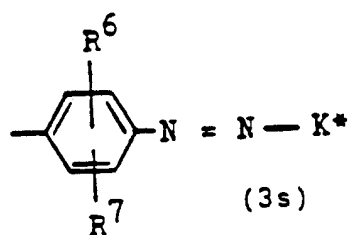
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 5 )



此類式中，定義為：

- $R^1$  為氫，羧基，磺基或式  $-G^*-SO_2-Y^1$  之基，式中  $Y^1$  具上述定義之一且  $G^*$  為直接鍵結，伸甲基或伸乙基或式  $-O-(CH_2)_3-$  或  $-O-CH_2-CH(CH_3)-$  之伸丙氧基；
- $R^2$  為氫，具 1 至 4 碳原子之烷基，具 1 至 4 碳原子之烷氧基，氯，溴，羧基或磺基，較好為氫，具 1 至 4 碳原子之烷基，具 1 至 4 碳原子之烷氧基，羧基或磺基；
- $R^3$  為氫，具 1 至 4 碳原子之烷基，具 1 至 4 碳原子之烷氧基，氯或溴，較好為氫或具 1 至 4 碳原子之烷氧基；
- $R^4$  為氫，磺基或羧基，較好為氫；
- $B^1$  為具 1 至 4 碳原子之烷基，尤其甲基，羧基，具 2 至 5 碳原子之羧烷氧基，尤其是羧甲氧，胺基甲酯，苯基或經 1 或 2 個選自含有磺基，羧基，甲基，乙基，甲氧，乙氧及氯之群之取代基所取代之苯基，較好為甲基，羧基或 2 至 5 碳原子之羧烷氧基；
- $B^2$  為 1 至 4 碳原子之烷基，尤其是甲基，羧基，具 2

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(6)

至 5 碳原子之巽烷氧，胺基甲醯，苯基或經 1 或 2 個選自含有 1 至 4 碳原子之烷基，1 至 4 碳原子之烷氧基，氯，溴及磺基之群之取代基取代之苯基，較好為甲基或羧基；

Q 為苯基，其可經，例如 1，2，或 3 個，較好 1 或 2 個選自含有氯，溴，甲基，乙基，甲氧，乙氧，羧基，磺基及 2 至 5 碳原子之烷醯胺基及／或式  $-SO_2-Y'$  之基，式中  $Y'$  如上定義，所取代，或為苯基，其可經 1，2 或 3 磺基或隨意經 1 個具 1 至 4 碳原子之烷基，1 個具 1 至 4 碳原子之烷氧基，1 氯原子或 1 個具 2 至 5 碳原子之烷醯胺基及／或式  $-SO_2-Y'$  之基，式中  $Y'$  如上定義，所取代，但較好為經磺基及／或  $-SO_2-Y'$  基所取代之苯基；

R\* 為氫或具 1 至 4 碳原子之烷基，其未經取代或經苯基或經磺基及／或  $-SO_2-Y'$ ，式中  $Y'$  如上定義，所取代之苯基取代，或為 2 至 5 碳原子之烷醯基，諸如乙醯，或經取代或未取代之苯磺醯或苯醯基，諸如磺苯醯，但較好為氫，乙醯，磺苯醯或苯醯；

R'' 為氫或 1 至 4 碳原子之烷基，諸如乙基或尤其甲基，其可經苯基，磺苯基或式  $-SO_2-Y'$  之基取代，式中  $Y'$  如上定義，或為未取代或經 1 或 2 個選自含有 1 至 4 碳原子之烷基，1 至 4 碳原子之烷氧

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(7)

基，氯，溴，磺酸及  $-SO_2-Y'$ ，式中  $Y'$  如上定義，之取代基所取代之苯基，但較好為 1 至 4 碳原子之烷基，尤其是氫；

$R^5$  為苯脲基，其苯基可經式  $-SO_2-Y'$  之基所取代，式中  $Y'$  如上定義，或為 2 至 5 碳原子之烷醯胺基，其可在烷基由式  $-SO_2-Y'$  之基取代，式中  $Y'$  如上定義，或為 3 至 5 碳原子之烯醯胺基，諸如丙烯醯胺，或為苯醯胺，其可經選自含有氯，甲基，甲氧，硝基，磺基，羧基及  $-SO_2-Y'$ ，式中  $Y'$  如上定義，之群之取代基取代，但較好為乙醯胺或苯醯胺；

$R^6$  為氫，1 至 4 碳原子之烷基，1 至 4 碳原子之烷氧基，磺基，羧基，2 至 5 碳原子之羧烷氧，鹵素，諸如溴或氯，或 1 至 4 碳原子之烷氧基，其經經基，乙醯氧，羧基，胺基甲醯，氰基或鹵素，諸如氯所取代，但較好為氫，磺基，甲基，乙基，甲氧或乙氧；

$R^7$  為氫，1 至 4 碳原子之烷基，1 至 4 碳原子之烷氧基，鹵素，諸如溴或氯，氰基，三氟甲基，1 至 4 碳原子之烷氧基，其經經基，乙醯氧，羧基，胺基甲醯，氰基或鹵素，諸如氯，或經式  $-SO_2-Y'$ ，式中  $Y'$  如上定義，所取代，或為 2 至 5 碳原子之烷醯胺，諸如乙醯胺或丙醯胺，其可經氯，溴，1 至 4 碳原子之烷氧基，苯氧，苯基，經基，羧基

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(8)

，或磺基或式  $-SO_2-Y'$ ，式中  $Y'$  如上定義，所取代，或為 3 至 5 碳原子之烯醯胺基，其可經氯，溴，羧基或磺基所取代，或為苯醯胺，其苯環可經取代，例如經選自含有氯，甲基，磺基及式  $-SO_2-Y'$  之基，式中  $Y'$  如上定義，之群之取代基取代，或為 1 至 4 碳原子之烷磺醯或苯磺醯，其苯環可經取代，例如選自含有氯，甲基，磺基及式  $-SO_2-Y'$  之基，式中  $Y'$  如上定義，之群之取代基，或為 1 至 4 碳原子之烷磺醯胺，其可經經基，硫酸根絡，氯，溴，1 至 4 碳原子之烷基或式  $-SO_2-Y'$  之基，式中  $Y'$  如上定義，所取代，或為苯磺醯胺，其苯環可經取代，例如選自含有氯，甲基，磺基及式  $-SO_2-Y'$  之基，式中  $Y'$  如上定義，之群之取代基，或為胺基甲醯，其可在氮原子上經單取代或二取代，其取代基屬於含有 1 至 4 碳原子之烷基，經取代之 1 至 4 碳原子之烷基（例如經基，磺基，羧基，硫酸根絡，苯基或式  $-SO_2-Y'$  基，式中  $Y'$  如上定義），5 至 8 碳原子之環烷基，苯基及經取代之苯基，其取代基選自含有氯，磺基，甲基，甲氧，羧基及式  $-SO_2-Y'$  之基，式中  $Y'$  如上定義，之群，或為胺磺醯，其氮原子可經 1 或 2 取代基單一或二取代，其取代基屬於含有 1 至 4 碳原子之烷基，經取代之 1 至 4 碳原子之烷基（例如經經基，磺基，羧

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

## 五、發明說明(9)

基，硫酸根絡，苯基或式  $-SO_2-Y^1$  基，式中  $Y^1$  如上定義），5至8碳原子之環烷基，苯基及經取代苯基（例如經選自含有氯，磺基，甲基，甲氧，羧基，及式  $-SO_2-Y^1$  之基，式中  $Y^1$  如上定義，之群之取代基）之群，或為脲基或終端氮原子經1或2取代基所單一或二取代之脲基，其取代基屬於含有1至4碳原子之烷基，經例如羥基，磺基，羧基，硫酸根絡，苯基或式  $-SO_2-Y^1$  之基，式中  $Y^1$  如上定義，所取代之1至4碳原子之烷基，5至8碳原子之烷基，苯基及經取代之苯基（例如選自含有氯，磺基，甲基，甲氧，羧基及式  $-SO_2-Y^1$  基，式中  $Y^1$  如上定義，之群之取代基）之群，但較佳者為氫，甲基，乙基，甲氧，乙氧，氯，胺基，經取代胺基，2至5碳原子之烷醯胺基，苯醯胺或苯磺醯胺或特別是脲基，乙醯胺或苯醯胺；

$R^8$  為氫或1至4碳原子之烷基，諸如甲基或乙基，其可例如經羥基，磺基，羧基，硫酸根絡，式  $-SO_2-Y^1$  基，式中  $Y^1$  如上定義，苯基或磺苯基所取代，或為2至4碳原子之烯基，其可經羧基，磺基，氯或溴取代，或為5至8碳原子之環烷基，但較好為氫，甲基，乙基或經羥基-，磺基-硫酸根絡-或羧基-取代之2至4碳原子之烷基，諸如  $\beta$ -硫酸根絡乙基或  $\beta$ -磺乙基；

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

## 五、發明說明(10)

R<sup>9</sup> 為氫或1至4碳原子烷基，其可，例如經經基，磺基，羧基，硫酸根絡，苯基或 $-SO_2-Y^1$ ，式中Y<sup>1</sup>如上定義，取代，或為2至5碳原子之烯基，其可經羧基，磺基或 $-SO_2-Y^1$ ，式中Y<sup>1</sup>如上定義，就經氯或溴取代，或R<sup>9</sup>為5至8碳原子之環烷基或苯基，其可，例如經選自含有氯，磺基，甲基，甲氧，羧基及 $-SO_2-Y^1$ ，式中Y<sup>1</sup>如上定義，之群之取代基取代，或為萘基，其可經1，2或3磺基或1或2磺基及1或2式 $-SO_2-Y^1$ 基，式中Y<sup>1</sup>如上定義，或僅經一個 $-SO_2-Y^1$ 取代，但較好為氫，甲基，乙基或2至4碳原子之烷基，其經經基，磺基，硫酸根絡或羧基取代，諸如β-硫酸根絡乙基或β-磺乙基，或

R<sup>8</sup> 及R<sup>9</sup>與氮原子及或無其他雜原子或雜基，諸如N，O，S或NH，其為5-至8-員，較好為飽和，雜環基，例如N-哌啶基，N-嗎啉基或N-哌嗪基；

R<sup>10</sup> 為氫或1至4碳原子之烷基或經具1至4碳原子之烷氧基或氰基取代之1至4碳原子烷基，較好為氫或尤其是甲基；

R<sup>11</sup> 為氫，羧基，磺基，具1至4碳原子伸烷基之磺烷基，諸如磺甲基，氰基或胺基甲醯或羧基；

B<sup>3</sup> 為氫或1至6碳原子之烷基，較好1至4碳原子，其可經苯基，磺基，磺苯基或 $-SO_2-Y^1$ ，式中

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 (11)

$Y^1$  如上定義，取代，但較好為氫，甲基，乙基或經磺基－，苯基－或磺苯基－取代之具2至4碳原子之烷基，諸如 $\beta$ －磺乙基；

B<sup>4</sup> 為氫，具1至4碳原子之烷基或經1至4碳原子之烷氧基，磺基，羧基，硫酸根絡，苯基，磺苯基，乙醯胺，苯醯胺，氰基或式 $-SO_2-Y^1$ 之基，式中 $Y^1$ 如上定義，所取代之具1至4碳原子之烷基，或為具2至4碳原子之烯基，環己基，苯基或經選自含有羧基，磺基，苯醯胺，乙醯胺， $-SO_2-Y^1$ ，式中 $Y^1$ 如上定義，及氯之群之取代基取代之苯基，但較好為氫，甲基，乙基或經磺基－，苯基－或磺苯基－取代之具2至4碳原子之烷基；

k 為零或1（若為零，則此基為氫）；

m 為1或2；

$m_1$  為1，2或3；

D<sup>\*</sup> 為式(2)，(2a)或(2b)之基或可經1，2，或3，較好1或2個選自含有具1至4碳原子之烷基，具1至4碳原子之烷氧基，氯，溴，羥基，羧基，磺基，胺基甲醯，胺基磺醯及具2至5碳原子之烷醯胺，較好為甲基，甲氧，乙氧，氯，磺基，羧基或羧基，及/或式 $-SO_2-Y^1$ ，式中 $Y^1$ 如上定義，之基之群的取代基所取代，此取代基中之一者較好為磺基或羧基且 $-SO_2-Y^1$ 基較

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(12)

好對於偶氮基為間或對位，或  $D^*$  為經 1，2 或 3 磺基或經 1 或 2 磺基及 1 或 2 式  $-SO_2-Y'$  基，式中  $Y'$  如上定義，或僅經一個  $-SO_2-Y'$  基取代之苯基，

$D$  及  $D^*$  可能具彼此相同或相異定義；

$K^*$  為上述及定義之式 (3 a) 至 (3 m) 之基， $K$  及  $K^*$  可具彼此相同或相異之定義；

$M$  具以上定義之一。

各變數，包括於 1 者及同式中出現兩次者，可具彼此相或相異之定義。

聯結於式 (3 e)，(3 f)，(3 g)，(3 i) 及 (3 n) 之偶氮基及式 (3 p) 及 (3 q) 之偶氮基之自由鍵對經或胺基或鄰位。較好，此經基附於苯基之 2 位置。

具 1 至 4 碳原子之烷基較好為乙基，尤其是甲基；具 1 至 4 碳原子之烷氧基較好為乙氧，尤其是甲氧；具 2 至 5 碳原子之烷醯胺基較好為丙醯胺，尤其是乙醯胺；且具 2 至 5 碳原子之羧烷氧較好為羧甲氧及羧乙氧。

式 (1) 之新穎化合物中，較佳者為  $K$  為式 (3 a) 至 (3 q) 者，特佳者為  $K$  或式 (3 c)，(3 f)，(3 h)，(3 i)，(3 p) 或 (3 q) 者，其中各變數依序具以下較佳意義：

$B^1$  為羧基或甲基；

$Q$  為經 1 或 2 個選自下組取代基：2 甲基，乙甲氧基

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 (13)

， 1 氯或溴原子， 2 磺基， 1 羧基及 1 乙烯磺基或  
β - 硫酸根絡乙磺醯基之取代基所取代之苯基；

R<sup>5</sup> 為乙醯胺，丙醯胺或苯醯胺，其可經 1 或 2 個選自  
含有氯，甲基，甲氧，硝基，磺基及 β - 硫酸根絡乙磺醯  
之群之取代基取代；

R<sup>6</sup> 為上述者之一，尤其是較佳定義；

R<sup>7</sup> 為脲基，乙醯胺或苯醯胺；

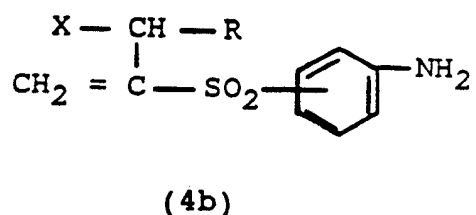
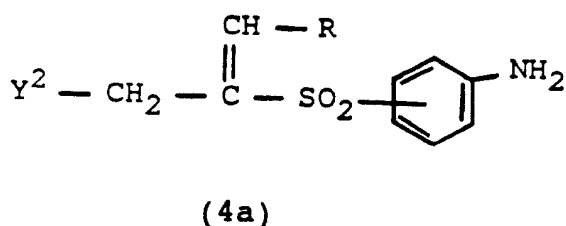
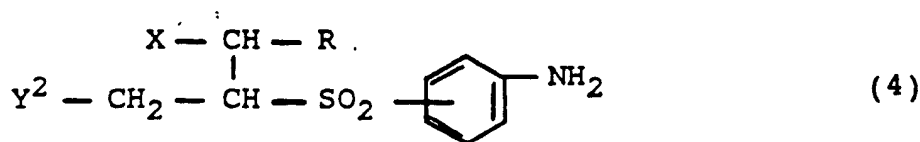
R<sup>8</sup> 及 R<sup>9</sup> 各為氫；

R<sup>\*</sup> 為氫，乙醯或苯醯；

R<sup>''</sup> 為氫；

m 在式 (3 p) 及 (3 q) 中為 2，且 -SO<sub>3</sub>M 其  
中之一者對羥基為間位，而另一 -SO<sub>3</sub>Y<sup>1</sup> 基對胺  
基為間或對位。

本發明亦有關式 (1) 新穎偶氮化合物之製法，例如  
使式 (4)，(4 a) 或 (4 b) 之胺基化合物的重氮化  
合物。



## 五、發明說明 (14)

式中 R, X 及  $Y^2$  各如上定義,  $Y^2$  較好為氯, 溴, 氰基, 具 2 至 5 碳原子之烷醯氧基, 諸如乙醯氧, 或硫酸根絡或特佳之氯, 溴, 氰基或乙醯氧, 與式 H-K, 式中 K 如上定義, 之偶聯組份偶聯; 若 K, 如上述者, 為雙價偶聯組份, 則可, 若期望則可使此雙價偶聯組份與等莫耳量之重氮組份反應兩次而製得二重氮化合物。在式 (4), (4 a) 或 (4 b), 式中  $Y^2$  為羥基, 之情況下, 在形成之偶氮化合物中如下述般將羥基轉化成新穎偶氮化合物 (1) 之 Y 基。

重氮化及偶聯反應以習用已知方式進行, 例如胺 (4), (4 a) 或 (4 b) 通常在  $-5^{\circ}\text{C}$  及  $+15^{\circ}\text{C}$  間之溫度及低於 2 之 pH 以強酸及碱金屬亞硝酸鹽在較佳水性介質中且偶聯反應通常在  $0$  及  $35^{\circ}\text{C}$  間之溫度及 1.5 及 4.5 間之 pH, 若為含胺基之偶聯組份, 且在 3 及 7.5 間之 pH, 若為含羥基之偶聯組份, 較好在水性介質中。若偶聯組份為二價, 可雙偶聯化合物, 含例如可偶聯胺基及可偶聯羥基, 則製得二重氮化合物之第一莫耳胺之重氮化合物的偶聯可在酸 pH 發生形成單偶氮化合物且與第 2 莫耳之胺之重氮化合物之第二偶聯反應可在弱酸至弱碱範圍進行。此法應用於例如通式 (3 p) 及 (3 q) 之化合物, 例如先使胺基苯磺酸與第一莫耳之式 (4), (4 a) 或 (4 b) 之胺之重氮化合物或另一種式  $D^* - NH_2$ , 式中  $D^*$  具 D 以外之定義, 之芳族胺在酸性介質中偶聯, 然後形成之單偶氮化合物與第二莫耳胺

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 (15)

$D^* - NH_2$ ，式中  $D^*$  具上述定義，之重氮化合物在弱酸，中性或弱鹼範圍中偶聯，若第一偶聯反應不以胺 (4)，(4 a) 或 (4 b) 之重氮化合物進行，則  $D^*$  不可避免地要具 D 所示定義之一；尤其，第一偶聯反應先在約 0.5 及 2.5 間之 pH 且第二偶聯反應在 4 及 6.5 間之 pH 進行。若重氮化合物在兩偶聯反應中皆同，即胺基化合物 (4)，(4 a) 或 (4 b) 者，則第一及第二偶聯反應在同一批中先在酸範圍然後在弱酸至弱鹼範圍中進行。為製得式 (3 r) 之二重氮化合物，偶聯組份 (間苯二酚) 與重氮化合物之反應先在 0.8 及 2 間之 pH 然後在 6 及 7.5 間之 pH 進行。

式 (1) 之二重氮化合物，其 K 基對應於偶氮化合物之基，其由重氮組份及偶聯組份組成，例如式 (3 s) 或 (3 t) 之基，亦可依發明先偶聯胺 (4)，(4 a) 或 (4 b) 之重氮化合物與含胺因而可重氮偶聯之組份，其例如位於式 (3 s) 及 (3 t) 經取代基  $R^6$  及  $R^7$  取代之苯胺 - 或磺基 - 胺基苯組份中，及，在形成之胺基 - 偶氮化合物中，偶聯，將胺基重氮化並使其與偶聯組份，例如，偶聯組份  $H - K^*$ ，偶聯形成二重氮化合物。

此類合成二重氮化合物之可能途徑皆同於文獻所述者或同於熟習此技藝者所知之合成二重氮化合物的方法。

可用於製本發明染料及符合例如式 (3 a) 至 (3 n) 者之偶聯組份為例如：1, 3 - 二胺基苯 - 5 - 磺酸，酚，甲酚，間苯二酚，2 - 乙氧酚，4 - 甲酚，3 - 磺基

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 (16)

酚，水楊酸，3-磺基-1-苯酚，4-磺基-1-苯酚，  
 5-磺基-1-苯酚，3,6-二磺基-8-苯酚，4,  
 6-二磺基-8-苯酚，1-苯酚-3,8-二磺酸，  
 1-胺基-8-苯酚-4-磺酸，1-胺基-8-苯酚-  
 5-磺酸，1-胺基-8-苯酚-2,4-二磺酸，2-  
 胺基-5-苯酚-7-磺酸，2-胺基-5-苯酚-1,  
 7-二磺酸，1-胺基-5-苯酚-7-磺酸，2-胺基-  
 8-苯酚-6-磺酸，2-胺基-8-苯酚-3,6-  
 二磺酸，2-胺基-8-苯酚-4,6-二磺酸，1-胺  
 基-8-苯酚-3,6-或-4,6-二磺酸，1-丙烯  
 醯胺-8-苯酚-3,6-或-4,6-二磺酸，1-丙  
 醯胺-8-苯酚-3,6-或-4,6-二磺酸，1-乙  
 醯胺-8-苯酚-4-磺酸，1-乙醯胺-8-苯酚-3,  
 6-或-4,6-二磺酸，1-苯醯胺-8-苯酚-3,  
 6-或-4,6-二磺酸，2-苯酚-5,7-二磺酸，  
 2-苯酚-3,6-及-6,8-二磺酸，1,8-二  
 羥苯-3,6-二磺酸，1,8-二羥苯-6-磺酸，1-  
 苯酚-3,6,8-三磺酸，2-乙醯胺-5-苯酚-  
 7-磺酸，2-苯醯胺-8-苯酚-6-磺酸，2-(  
 p'-甲苯磺醯胺)-5-苯酚-7-磺酸，2-乙醯胺-  
 8-苯酚-3,6-二磺酸，2-乙醯胺-5-苯酚-  
 1,7-二磺酸，3-苯醯胺-8-苯酚-6-磺酸，2-  
 苯磺醯胺-5-苯酚-7-磺酸，2-(N-甲基-N-  
 乙醯)胺基-8-苯酚-6-磺酸，N-乙基-N-苄

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 (17)

基苯胺-3-磺酸，N，N-雙(β-羥乙基)苯胺，N，N-雙(β-硫酸根絡乙基)-苯胺，N，N-雙(β-羥乙基)-2-甲氧-5-氯苯胺，N-(β-硫酸根絡乙基)-2，5-二甲氧苯胺，N-(β-硫酸根絡乙基)-2-氯苯胺，乙醯乙醯-2-苯醯胺-5-磺酸，N-乙醯乙醯苯胺-3-或-4-磺酸，N-乙醯乙醯-2-甲氧-5-磺苯胺，N-乙醯乙醯-4-甲氧-3-磺苯胺，N-乙醯乙醯-2-甲氧-5-甲基-4-磺苯胺，N-乙醯乙醯-2，5-二甲氧-4-磺苯胺，N-乙醯乙醯-2-甲氧-5-甲基-4-(β-硫酸根絡乙磺醯)苯胺，N-乙醯乙醯-2，5-二甲氧-4-(β-硫酸根絡乙磺醯)苯胺，N-乙醯乙醯-2-甲氧-5-(β-硫酸根絡乙磺醯)苯胺，N-乙醯乙醯-4-(β-硫酸根絡乙磺醯)苯胺，N-乙醯乙醯-3-(β-硫酸根絡乙磺醯)苯胺，1-(4'-β-硫酸根絡乙磺醯苯基)-3-甲基-5-吡唑啉酮，1-(4'-β-硫酸根絡乙磺醯苯基)-3-羧基-5-吡唑啉酮，1-(4'-磺苯基)-3-甲基-5-吡唑啉酮，1-(4'-磺苯基)-3-羧基-5-吡唑啉酮，1-(2'-氯-5'-磺苯基)-3-甲基或-3-羧基-5-吡唑啉酮，1-(3'-磺苯基)-3-羧基-5-吡唑啉酮，1-(2'-甲氧-4'-磺苯基)-3-羧基-5-吡唑啉酮，1-(3'-磺苯基)-3-甲基-5-胺基吡唑，1-(4'-磺苯基)-3-甲基-5-胺基吡

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 18 )

唑， 1 - ( 2' - 甲氧 - 5' - 磺苯基 ) - 3 - 甲基 - 5 -  
 - 胺基吡唑， 1 - ( 2' - 甲氧 - 5' - 甲基 - 4' - 磺  
 苯基 ) - 3 - 甲基 - 5 - 胺基吡唑， 1 - ( 2' - 氯 -  
 5' - 磺苯基 ) - 3 - 甲基 - 5 - 胺基吡唑， 1 - ( 3' -  
 - 胺基 - 4' - 磺苯基 ) - 3 - 羧基 - 5 - 吡唑啉酮， 1  
 - ( 4' -  $\beta$  - 硫酸根絡乙磺醯苯基 ) - 3 - 羧乙氧 - 5  
 - 吡唑啉酮， 1 - ( 3' - 胺基 - 6' - 甲苯基 ) - 3 -  
 羧基 - 5 - 吡唑啉酮， 2 - N - 甲胺基 - 8 - 苯酚 - 6 -  
 磺酸， 3 - 羧基 - 5 - 吡唑啉酮， 1 - 苯基 - 3 - 羧基 -  
 5 - 吡唑啉酮， 1 - ( 4' - 硝苯基 ) - 3 - 羧基 - 5 -  
 吡唑啉酮， 1 - ( 3' - 乙醯胺苯基 ) - 3 - 羧基 - 5 -  
 吡唑啉酮， 1 - ( 3' - 羧苯基 ) - 3 - 甲基 - 5 - 吡唑  
 啉酮， 2 - 羥基 - 3 - 羧基苯， 2 - 羥基 - 6 - 羧基苯，  
 8 - 羥基喹啉 - 5 - 磺酸， 1， 4 - 二甲基 - 2 - 羥基 -  
 6 - 吡啶酮 - 5 - 磺酸， N - 磺甲苯胺， 3 - 乙醯胺 - 5  
 - 苯酚 - 7 - 磺酸， 2 - 甲胺 - 8 - 苯酚 - 6 - 磺酸， 1  
 - (  $\beta$  - 羥乙基 ) - 4 - 甲基 - 6 - 羥基 - 2 - 吡啶酮，  
 1 - (  $\beta$  - 羥乙基 ) - 3 - 氰基 - 4 - 甲基 - 6 - 羥基 -  
 2 - 吡啶酮， 1 - (  $\beta$  - 羥乙基 ) - 3 - 胺基甲醯 - 4 -  
 甲基 - 6 - 羥基 - 2 - 吡啶酮， 1 - (  $\beta$  - 羥乙基 ) - 4  
 - 甲基 - 6 - 羥基 - 2 - 吡啶酮 - 3 - 磺酸， 1 - (  $\beta$  -  
 硫酸根絡乙基 ) - 4 - 甲基 - 6 - 羥基 - 2 - 吡啶酮， 1  
 - (  $\beta$  - 硫酸根絡乙基 ) - 3 - 氰基 - 4 - 甲基 - 6 - 羥  
 基 - 2 - 吡啶酮， 1 - (  $\beta$  - 硫酸根絡乙基 ) - 3 - 胺基

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(19)

甲醯-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮，1-(β-硫酸根絡乙基)-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮-3-磺酸，1-(β-硫酸根絡乙基)-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮，1-(β-硫酸根絡乙基)-3-胺基甲醯-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮，1-(β-硫酸根絡乙基)-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮-3-磺酸，1-羧甲基-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮，1-羧甲基-3-氰基-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮，1-羧甲基-3-胺基甲醯-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮，1-羧甲基-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮-3-磺酸，1-(β-羥乙基)-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮，1-(β-羧乙基)-3-氰基-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮，1-(β-羧乙基)-3-胺基甲醯-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮，1-(β-羧乙基)-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮-2-磺酸，1-(β-乙醯胺乙基)-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮，1-(β-乙醯胺乙基)-3-氰基-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮，1-(β-乙醯胺乙基)-3-胺基甲醯-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮，1-(β-乙醯胺乙基)-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮-3-磺酸，1-(β-乙醯胺丙基)-4-甲基-6-羥基-2-吡啶酮，1-(β-乙醯胺丙基)-3-胺基甲醯-4-甲基-6-羥基-2-吡

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明( 20

啉酮，1 - ( $\beta$  - 乙醯胺丙基) - 4 - 甲基 - 6 - 羥基 -  
 2 - 吡啉酮 - 3 - 磺酸，4 - 羥基 - 2 - 喹啉，1 - 胺基  
 - 8 - 羥基 - 2 - (苯偶氮) 苯 - 3，6 - 二磺酸，1 -  
 胺基 - 8 - 羥基 - 2 - (4' - 磺苯偶氮) - 苯 - 3，6  
 - 二磺酸，1 - 胺基 - 8 - 羥基 - 2 - (2'，5' - 二  
 磺苯偶氮) 苯 - 3，6 - 二磺酸，1 - ( $\beta$  - 胺乙基) -  
 3 - 氰基 - 4 - 甲基 - 6 - 羥基 - 2 - 吡啉酮，1 - ( $\gamma$   
 - 胺丙基) - 3 - 磺甲基 - 4 - 甲基 - 6 - 羥基 - 2 - 吡  
 啉酮，1，3 - 二胺基苯，1 - 胺基 - 3 - (N，N - 二  
 -  $\beta$  - 羥乙胺基) 苯，1 - 胺基 - 3 - (N，N - 二 -  $\beta$   
 - 硫酸根絡乙胺基) 苯，1 - 胺基 - 3 - (N，N - 二 -  
 $\beta$  - 羥乙胺基) - 4 - 甲氧苯，1 - 胺基 - 3 - (N，N  
 - 二 -  $\beta$  - 硫酸根絡乙胺基) - 4 - 甲氧苯，1 - 胺基 -  
 3 - (磺苯胺基) 苯，1 - 胺基 - 3 - (磺苯胺基) - 4  
 - 氯苯，1 - 胺基 - 3 - (N，N - 二磺苯胺基) 苯，1  
 - 羥基 - 3 - 或 - 4 - 甲苯，1 - 羥基苯 - 4 - 磺酸，1  
 - 羥基苯，2 - 羥基苯，2 - 羥基 - 6 - 或 - 7 - 磺酸，  
 1 - 羥基 - 4，7 - 二磺酸，1 - 胺基 - 3 - 甲苯，1 -  
 胺基 - 2 - 甲氧 - 5 - 甲苯，1 - 胺基 - 2，5 - 二甲苯  
 ，3 - 胺基苯脲，1 - 胺基 - 3 - 乙醯胺苯，1 - 胺基 -  
 3 - (羥乙醯胺) 苯，1，3 - 二胺基 - 4 - 磺酸，1 -  
 胺基 - 6 - 或 - 8 - 磺酸，1 - 胺基 - 2 - 甲氧基 - 6 -  
 磺酸，2 - 胺基 - 5，7 - 二磺酸，1 - 胺基 - 8 - 羥基  
 苯 - 6 - 磺酸，2 - 羥基 - 3 - 胺基 - 5，7 - 二磺酸，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 21

1 - 胺基 - 8 - 羥苯 - 2, 4, 6 - 三磺酸, 1 - 羥基 - 8 - 乙醯胺苯 - 3 - 磺酸, 1 - 苯醯胺 - 8 - 羥苯 - 3, 6 - 或 - 4, 6 - 二磺酸, 2 - 苯醯胺 - 5 - 羥苯 - 7 - 磺酸, 2 - 甲基 - 及 2 - 乙胺 - 5 - 羥苯 - 7 - 磺酸, 2 - (N - 乙醯 - N - 甲胺) - 5 - 羥苯 - 7 - 磺酸, 2 - 乙胺 - 8 - 羥苯 - 6 - 磺酸, 2 - 乙醯胺 - 8 - 羥苯 - 6 - 磺酸, 1 - (4' - 胺苯醯胺) - 8 - 羥苯 - 3, 6 - 及 - 4, 6 - 二磺酸, 1 - (4' - 硝苯醯胺) - 8 - 羥苯 - 3, 6 - 及 - 4, 6 - 二磺酸, 1 - (3' - 胺苯醯胺) - 6 - 羥苯 - 3, 6 - 及 - 4, 6 - 二磺酸, 1 - (3' - 硝苯醯胺) - 8 - 羥苯 - 3, 6 - 及 - 4, 6 - 二磺酸, 2 - (4' - 胺基 - 3' - 磺苯基) 胺基 - 5 - 羥苯 - 7 - 磺酸, 3 - 甲基 - 5 - 吡啶啉酮, 1 - 苯基 - 3 - 甲基 - 5 - 吡啶啉酮, 1 - (3' - 胺苯基) - 3 - 甲基 - 5 - 吡啶啉酮, 1 - (2', 5' - 二磺苯基) - 3 - 甲基 - 5 - 吡啶啉酮, 1 - (2' - 甲基 - 4' - 磺苯基) - 5 - 吡啶啉酮 - 3 - 羧酸, 1 - (4', 8' - 二磺苯基 - 2' - 基) - 3 - 甲基 - 5 - 吡啶啉酮, 1 - (5', 7' - 二磺基 - 2 - 苯基) - 3 - 甲基 - 5 - 吡啶啉酮, 1 - (2', 5' - 二氯 - 4' - 磺苯基) - 3 - 甲基 - 5 - 吡啶啉酮, 3 - 胺基 - 羰基 - 4 - 甲基 - 6 - 羥基 - 2 - 吡啶啉酮, 1 - 乙基 - 3 - 氰基 - 或 - 3 - 氯 - 4 - 甲基 - 6 - 羥基 - 2 - 吡啶啉酮, 1 - 乙基 - 3 - 磺甲基 - 4 - 甲基 - 6 - 羥基 - 2 - 吡啶啉酮, 2, 4, 6 - 三

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

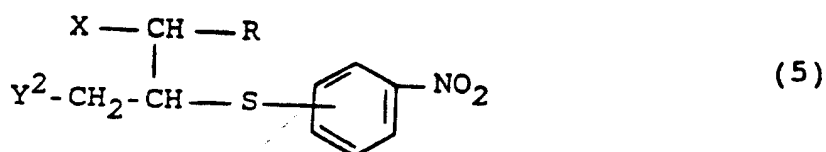
訂

線

## 五、發明說明( 22

胺基 - 3 - 氰基吡啶, 2 - (3' - 磺苯基) 胺基 - 4 ,  
6 - 二胺基 - 3 - 氰基吡啶, 2 - (2' - 羥乙胺) - 3  
- 氰基 - 4 - 甲基 - 6 - 胺吡啶, 2, 6 - 雙 (2' - 羥  
乙胺) - 3 - 氰基 - 4 - 甲吡啶, 1 - 乙基 - 3 - 胺甲基  
- 4 - 甲基 - 6 - 羥基 - 2 - 吡啶酮, 1 - 乙基 - 3 - 磺  
甲基 - 4 - 甲基 - 5 - 胺甲醯 - 6 - 羥基 - 2 - 吡啶酮,  
N - 乙醯乙醯胺苯, 5 - 乙醯胺 - 2 - 磺苯胺。

可用於本發明合成本發明之式 (1) 偶氮化合物之式  
(4), (4 a) 及 (4 b) 化合物以往未述。因此本發  
明亦有關於此類化合物, 其製法及其合成染料, 尤其是發明  
之偶氮化合物 (1), 之用途。其可依發明氧化式 (5)  
之化合物



式中  $\text{Y}^2$ , X 及 R 各如上定義,  $\text{Y}^2$  較好為氯, 溴, 具 2  
至 5 碳原子之烷醯氧, 諸如乙醯氧, 或氰基, 形成磺醯化  
合物製得, 所用氧化劑為例如在水溶液中之過錳酸鉀, 過  
氫硫酸鈉, 過氫硫酸鉀, 有機過酸, 例如過氧乙酸, 過氧  
化鈉, 過氧化氫及氯。氧化反應可在 10 及 100 °C 間之  
溫度, 較好 50 及 90 °C 間發生。式 (5) 化合物氧化形  
成下式 (6) 之對應磺醯化合物較好在水性 - 有機或純有  
機介質中, 使用溶於水且與水溶混且對氧化劑惰性之有機

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

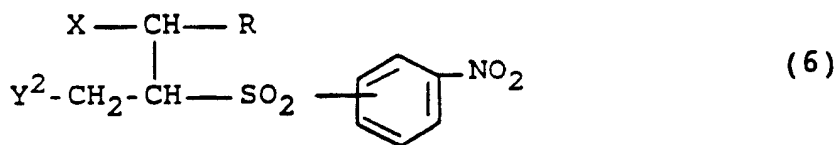
訂

線

## 五、發明說明 ( 23 )

溶劑進行。此種有機溶劑為例如冰醋酸及二噁烷。較好使用冰醋酸，尤其是與水之混合物。例如，氧化反應可藉過氧化氫在無水乙酸或水含量高達20%重之含水乙酸中在30及100℃間之溫度，較好60及90℃間之溫度進行。過氧化氫含量通常在10及35%重間，較好在20及35%重間。

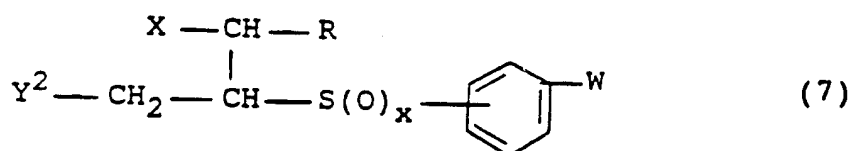
可得之式(6)化合物



式中 $\text{Y}^2$ ，R及X各如上定義，可還原成式(4)之新穎苯胺化合物，例如以氫在習用貴金屬觸媒存在下或在酸，水性—有機介質中藉非貴金屬，諸如鐵或鋅，催化還原，所用之水性酸介質較好為鹽酸水溶液。較好，還原在水性，酸介質或無水有機溶劑，例如冰醋酸中，藉鈀／活性炭，在10及100℃間，較好20及50℃間之溫度進行。

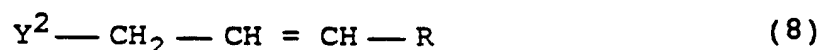
式(5)及(6)化合物同樣為新穎者。因此發明亦有關此類化合物，其製法及其用為合成偶氮化合物之中間物的用途。式(4)，(5)及(6)化合物可總述於式(7)。

## 五、發明說明 ( 24



式中  $\text{Y}^2$  ,  $\text{X}$  及  $\text{R}$  各如上定義,  $\text{X}$  為 0 或 2 且  $\text{W}$  為硝基或胺基。

式 (5) 原料化合物可依發明添加硝基苯 - 亞磺醯鹵化物, 較好為亞磺醯氯, 於式 (8) 化合物



式中  $\text{Y}^2$  及  $\text{R}$  如上定義, 製得。反應如 J. Org Chem. 49, 1314 (1984) 及 J. Chem. Soc. 1968, 1339 所述般進行。尤其, 發明之反應在惰性有機溶劑, 例如二氯甲烷, 四氯化碳, 氯苯或二氯苯中,  $-50^\circ\text{C}$  及  $0^\circ\text{C}$  間之溫度下, 較好  $-40^\circ\text{C}$  及  $-25^\circ\text{C}$  間, 進行。

硝基苯亞磺醯鹵化物原料化合物本身可依已知法 (參見例如 Liebigs Ann. 400, 2 (1913)) 始自硝基苯 - 硫醇或硫醇鹽或雙 (硝基苯基) 二硫醚並使其在惰性溶劑, 例如二氯甲烷, 氯仿, 四氯化碳, 氯苯或二氯苯或異構二氯苯混合物, 較好在二氯甲烷, 氯仿, 氯苯或二氯苯中,  $-80^\circ\text{C}$  及  $+20^\circ\text{C}$  間, 較好  $-50^\circ\text{C}$  及  $-20^\circ\text{C}$  間之溫度下, 與鹵化劑反應製得。此種鹵化劑較好為氯, 溴, N - 氯琥珀醯亞胺及 N - 溴琥珀醯亞胺。

式 (6) 之硝基苯異丙基磺化合物, 式中  $\text{Y}^2$  如上定

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

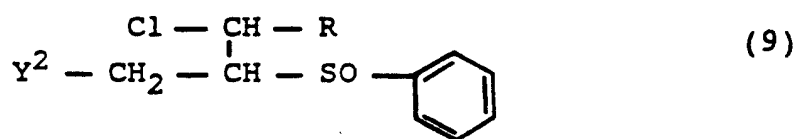
裝

訂

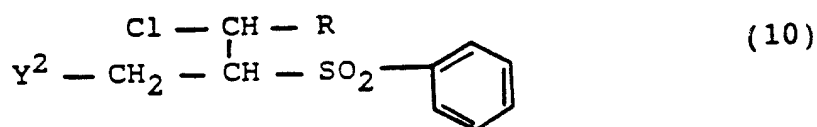
線

## 五、發明說明 ( 25 )

義，較好為鹵原子，諸如溴或特別之氯，氰基或具 2 至 5 碳原子之烷醯氧基，諸如乙醯氧基，亦可依簡便方式使硫代酚與氯反應產生苯亞磺醯氯並將後者添加於上述式 ( 8 ) 之烯烴化合物形成式 ( 9 ) 化合物



式中 R 及 Y<sup>2</sup> 各如上定義，然後此式 ( 9 ) 化合物藉過氧化氫氧化產生式 ( 10 ) 化合物



式中 R 及 Y<sup>2</sup> 如上定義，然後此化合物以已知硝化苯化合物之方法硝化形成式 ( 6 ) 之間 - 硝基苯 - 異丙磺醯化合物。本文中硫代酚與氯之反應在 - 20 °C 及 + 20 °C 間，較好 - 10 °C 及 + 10 °C 間之溫度，對反應惰性之有機溶劑，較好為經鹵素取代之烴，例如二氯甲烷或氯苯中進行。不單離形成之苯亞磺醯氯，其可在同批中與式 ( 8 ) 烯烴反應，彼反應同樣在對反應物為惰性之溶劑，例如上述溶劑之一者中，- 50 °C 及 0 °C 間，較好 - 45 °C 及 - 35 °C 間之溫度下進行。反應結束後，餾除溶劑且形成之式 ( 9 ) 化合物經純化或直接氧化。後者同樣在水可溶混之對反應物惰性之有機溶劑，諸如烷羧酸，較好為具 1 至 4 碳原子之烷基之烷羧酸，尤其是乙酸中，50 °C 及

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 (26)

100℃間，較好60℃及90℃間之溫度下，藉過氧化氫，其以10至40%重，較好為25至35%重之水溶液形式用於反應，而使用習用氧化觸媒，例如碱金屬錳酸鹽進行。氧化之批冷卻後，形成之式(10)化合物可濾離此批物質，事先添加或不添加水。不需再純化。此式(10)之磺醯化合物然後藉硝化酸，濃硫酸及硝酸之混合物，較好硝酸含量約30%重，在30及70℃間，較好在40及50℃間之濃度硝化。

不僅式(1)化合物，式(4)，(5)及(6)者，式中Y及Y<sup>2</sup>各為羥基，可依習用方式轉化成式中Y及Y<sup>2</sup>具羥基以外之定義之化合物，例如其酯化合物，例如多元無機酸或脂族及芳族羧或磺酸，例如成為式中Y及Y<sup>2</sup>各為氯原子或硫酸根絡，磷酸根絡，乙醯氧或甲苯醯磺醯氧基之化合物。

用於此目的之適當酯化及醯化劑為例如對應無機或有機酸或酐，鹵化物或其醯胺，例如硫酸，含SO<sub>3</sub>之硫酸，氯磺酸，醯胺硫酸，磷酸，磷醯氯，磷酸與五氧化二磷之混合物，乙酸酐，甲苯磺醯氯及亞硫醯氯。

含乙烯基之化合物可製自其酯衍生物，例如式中Y<sup>2</sup>為硫酸根絡或氯者，碱在，例如水性介質中，8至10間之pH及20及50℃間之溫度，期間為10至20分鐘，作用。此反應中，碱作用不但可消除Y<sup>2</sup>基，亦可消除，於其上交替之X基以及氫原子以形成烯鍵。此將含(2)基之化合物(1)轉化成含(2a)或(2b)基之化

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

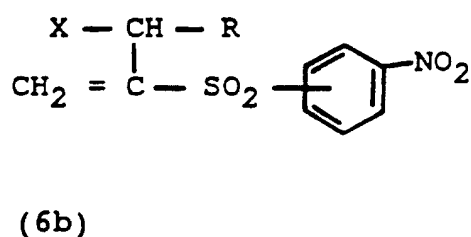
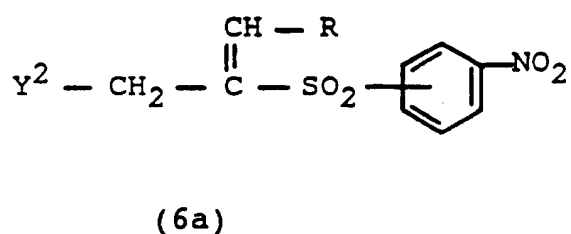
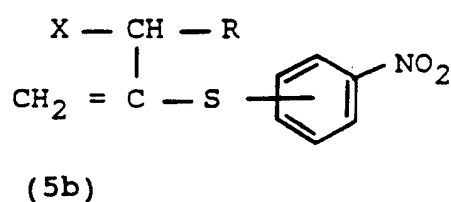
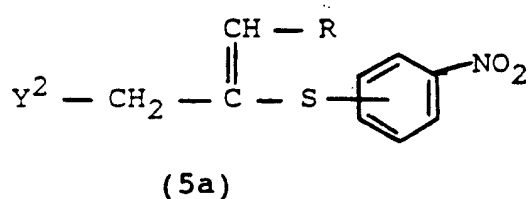
裝

訂

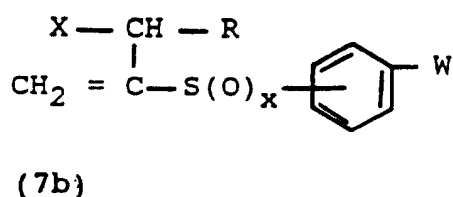
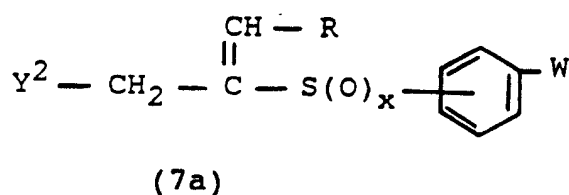
線

## 五、發明說明 (27)

合物或式 (4) 化合物成為式 (4 a) 或 (4 b) 化合物  
且式 (5) 化合物成為各於一方面符合式 (5 a) 及 (5 b) 且另一方面符合 (6 a) 及 (6 b) 之化合物。



式中 X, R 及 Y<sup>2</sup> 各如上定義。此類式 (5 a), (5 b), (6 a) 及 (6 b) 化合物同樣為新穎者；其可總示於式 (7 a) 及 (7 b)



式中 Y<sup>2</sup>, X, R, W 及 X 如上定義。因此本發明亦有關於此類化合物，其製法及其用為合成偶氮化合物時之用途。

式 (1), (4), (5) 及 (6) 化合物，式中 Y 及 Y<sup>2</sup> 各為三烷銨或硫代硫酸根絡，可依已知法製自其乙烯基衍生物 (式 (2 a), (2 b), (7 a) 及 (7 b

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(28)

))，其使對應之三烷胺與硫代硫酸之碱金屬鹽，諸如硫代硫酸鈉反應。

由合成水溶液分離並單離化合物(1)可依一般水溶性化合物之已知法進行，例如藉電解質，例如氯化鈉或氯化鉀，由反應介質沈澱，或蒸發反應溶液，例如噴乾。若選擇後一種單離方式，則常建議在蒸發前以硫酸鈣沈澱並過濾去除任何存於此液中之硫酸根。

式(1)之新穎化合物—以下稱化合物(1)—具纖維反應性且具極有用之染性物質。因此其可用於將含羥基及／或含碳氧醯胺之材料染色(包括印染)。而且，化合物(1)合成時所得之溶液可直接以液體配方用於染色，可添或不添加緩衝劑且可預先濃縮或無。

因此本發明亦提出式(1)化合物將含羥基及／或碳氧醯胺物質染色之用途以及將其施加於彼類材料之方法，較好採用纖維形式之材料，尤其是紡織纖維形式，諸如絞紗、包裝及織物。可採用同於已知者之方法。

含羥基之材料或天然或合成者，例如纖維素纖維材料或其再生品及聚乙烯醇。纖維素纖維材料較好為棉，但其他植物纖維亦可，諸如亞麻，大麻，黃麻及苧麻纖維；再生纖維素為例如短粘膠纖維及粘膠纖維。

含碳氧醯胺材料為例合成及天然聚醯胺及聚脲(纖維形式)，例如羊毛及其他動物毛，絲，皮，耐綸-6.6，耐綸-6，耐綸-11及耐綸-4。

化合物(1)，用於本發明者，可藉水溶性，纖維反

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明( 29)

應性染料已知之施用技術，例如將溶解形式之化合物（1）施加於基質或將其導入彼者並藉熱作用或碱劑或二者之作用固定於其上而施加或固定於所述基質上，尤其是所述之纖維材料上。此種染色及固色技術在文獻中多所描述（例如歐洲專利申請案刊物 0 1 8 1 5 8 2 A 2）。

特佳之化合物（1）為，在習用染色法中，即使電解質及碱化合物之用量明顯少於習用者，但仍意外地產生比習用量之鹽所得者高之得色量。因為目前技藝界一般在染液中仍需高度電解質以與纖維反應性染料產生強染色。此高鹽度，其通常高於 5 0 g 每升染液，為生態上所不期望者。但是，化合物（1）使得使用低於 4 0 g 每升染液，較好僅 1 0 及 3 5 g 每升染液間之添加電解質濃度變成可能。

本發明可得之染色具良好之耐光牢度，尤其是纖維素纖維材料，不但在染色乾態且在溼態（例如汗溼時）亦然，亦有良好之耐溼牢度，例如在 6 0 至 9 5 °C，即使存有過硼酸鹽下，仍有良好之耐洗牢度，良好之耐酸及碱縮絨，耐交染及耐汗漬牢度，高度耐汽蒸性，良好之耐碱，耐酸，耐水及耐海水牢度，以及良好之耐褶皺，熱壓燙及摩擦脫色牢度。相同地，當儲存仍含有乙酸之溼染物時，具高度耐酸脫色性。

以下實施例說明本發明。份數及百分比為重量，除非另有陳述。重量份數對體積份數之關係為公斤對公升。

此類例中通式所述之化合物以自由酸形式表示；通常

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

## 五、發明說明(30)

，其以其碱金屬鹽之形式單離，諸如鋰，鈉或鉀鹽，並以其鹽之形式用於染色。相同地，以自由酸形式述及之原料化合物及組份在後續例中，尤其是表例，可以自身或其鹽形式，較好為碱金屬鹽，用於合成。

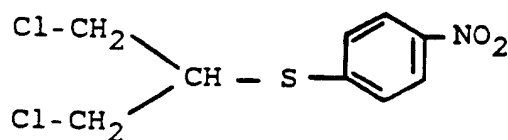
發明化合物在可見光區之吸光最大值 ( $\lambda_{max}$  值) 以碱金屬鹽之水溶液決定。表例中， $\lambda_{max}$  值示於色澤欄之括弧中；波長單位為 nm。

$^1\text{H}-\text{NMR}$  數據在二甲亞砜- $d_6$  溶劑中；使用四甲基矽烷為內標準物，測得，除非另有陳述。

## 實施例 A

為合成 1, 3-二氯異丙基 4'-硝基苯基硫，氯在  $-10^\circ\text{C}$  冷卻下通入在 1000 體積份數二氯甲烷中之 100 份雙(4-硝基苯基)二硫醚之懸浮液中至所有二硫醚於溶液中消失。然後冷卻至  $-40^\circ\text{C}$ ，以約 30 分鐘逐漸添加 80 份乙醯氯。然後溫至  $20^\circ\text{C}$ ，接著於彼溫攪拌 16 小時以上，然後在碱壓下移除揮發物。

所得之殘留物由二乙醚再結晶。產生約 122 至 123 份之下式化合物



淡黃色晶體，熔點  $62^\circ\text{C}$ 。

## 五、發明說明 (31)

C, H, N 分析：

計算：C 40.6%，H 3.4%，N 5.2%；

實驗：C 40.4%，H 3.4%，N 5.3%；

 $^1\text{H-NMR}$  分析：4.0 ppm (4H; d)，

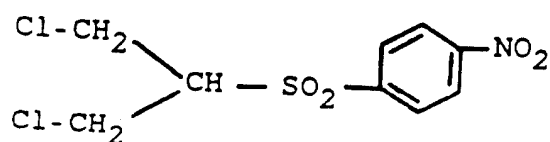
4.22 ppm (1H; quint.)，

7.65 ppm (2H; d)，

8.18 ppm (2H; d)。

## 實施例 B

為製 1, 3-二氯異丙基 4'-硝苯基磺，13.3 份 1, 3-二氯異丙基 4'-硝苯基磺醚（例 A；未加工產物或再結晶後之形式）溶於 100 體積份數之冰醋酸，添加 0.05 份鎢酸鈉，熱至 80℃，於彼溫且攪拌下逐漸添加 11 體積份數之 35% 強之過氧化氫水溶液。攪拌再持續約 15 分鐘，冷卻至 0℃。抽氣濾除沈澱晶體並由乙醇再結晶。產生約 11.5 份下式化合物。



熔點 105℃。

C, H, N 分析：

計算：C 36.25%，H 3.04%，N 4.7%；

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

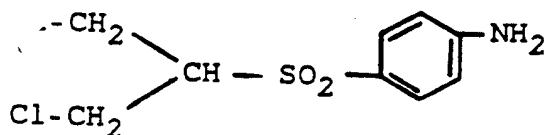
## 五、發明說明 (32)

實驗：C 36.3%， H 3.0%， N 4.8%。

$^1\text{H-NMR}$  分析：4.07 ppm (4H;m), 4.5 ppm (1H;m),  
(在  $\text{CDCl}_3$  中): 8.2 ppm (4H;d), 8.45 ppm (4H;d)。

## 實施例 C

欲製 1, 3-二氯異丙基 4'-胺苯基磺，先由 80 份鋅粉，360 份水，160 體積份數二噁烷及 10 體積份數濃鹽酸水溶液製得混合物。此混合物於約  $20^\circ\text{C}$  充分攪拌下緩緩添加在 320 體積份數二噁烷中之 48 份 1, 3-二氯異丙基 4'-硝苯基磺 (例 B)，同時添加 310 體積份數濃鹽酸水溶液，160 份水及 80 體積份數二噁烷之混合物。攪拌繼續至大部分鋅消耗且於溶液中消失，濾除沈澱物並以二噁烷洗滌，合併濾液以乙酸鈉調至 pH 4。濾液接著在約  $20^\circ\text{C}$  攪拌約 12 小時，形成之白色沈澱抽氣過濾並乾燥。產生約 36 份下式之細晶化合物。



熔點  $104^\circ\text{C}$ 。

元素分析：

計算：C 40.3%， H 4.1%， N 5.2%， Cl 26.4%；

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

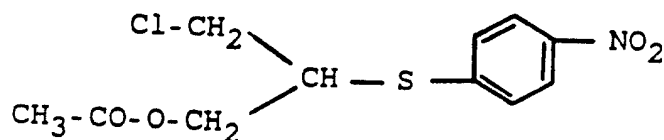
## 五、發明說明 (33)

實驗：C 40.8%，H 4.2%，N 5.3%，Cl 25.9%。

$^1\text{H-NMR}$  分析：3.95 ppm (5H;m), 6.25 ppm (2H;br),  
6.65 ppm (2H;d), 7.5 ppm (2H;d)。

## 實施例 D

為製 1-氯-3-乙醯氧異丙基 4'-硝苯基硫醚，  
氯在  $-10^\circ\text{C}$  通入在 500 體積份數二氯甲烷中之  
92.4 份雙 (4-硝苯基) 二硫醚懸浮液中至形成澄清  
液。然後通入無水氯約 15 分鐘，然後在  $-40^\circ\text{C}$  之溫度  
以約 15 分鐘之時間逐漸添加 108 體積份數乙酸烯丙酯。  
溶液接著攪拌 1 小時，然後冷卻至  $70^\circ\text{C}$ ，單離淡黃色  
沈澱。產生 152 份下式之細晶粉化合物。



熔點  $110^\circ\text{C}$ 。

元素分析：

計算：C 45.6%，H 4.17%，N 4.8%，Cl 12.2%；

實驗：C 45.6%，H 4.2%，N 4.8%，Cl 12.4%。

$^1\text{H-NMR}$  分析：2.05 ppm (3H;s),

3.97 ppm (2H;d),

4.18 ppm (1H;quint.)，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 (34)

4.35 ppm (2H;m)。

7.67 ppm (2H;d),

8.18 ppm (2H;d)。

## 實施例 E

為製得 1-氯-3-乙醯氧異丙基 4'-硝苯基磺，將 145 份 1-氯-3-乙醯氧異丙基 4'-硝苯基硫酸酐 (例 D) 在 450 體積份數冰醋酸中之 70℃ 溶液，在添加 2 份錫酸鈉後，摻以 120 體積份數之 35% 強過氧化氫水溶液，以約 30 分鐘逐漸添加。接著攪拌約 15 分鐘，然後冷卻至約 20℃，添加 100 份水，溶液冷卻至 0℃，單離白色沈澱。產生 145 份細晶粉之 1-氯-3-乙醯氧異丙基 4'-硝苯基磺，熔點 89℃。

## 元素分析：

計算：C 41.1%，H 3.7%，N 4.3%，Cl 11.0%；

實驗：C 41.4%，H 3.6%，N 4.1%，Cl 11.1%。

<sup>1</sup>H-NMR 分析：1.83 ppm (3H;s),

3.9-4.17 ppm (2H;m),

4.36 ppm (1H;quint.),

4.48 ppm (2H;m),

8.22 ppm (2H;d),

8.48 ppm (2H;d)。

## 實施例 F

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

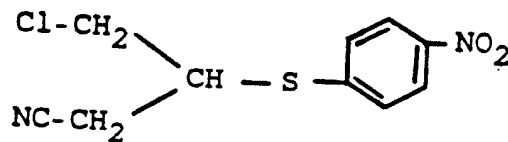
裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 35 )

為製 1 - 氯 - 3 - 氰異丙基 4 ' - 硝苯基硫醚，  
7 . 6 份 4 - 硝苯基亞磺醯氯之溶液在  $-20^{\circ}\text{C}$  逐漸摻以  
4 . 0 份烯丙氰。接著攪拌 1 小時，然後在減壓下去除揮  
發物。殘留之棕色殘留物逐漸固化。由等份數之二乙醚及  
二氯甲烷混合物再結晶產生 6 . 7 份下式之化合物。



黃色晶體形式，熔點  $68^{\circ}\text{C}$ 。

元素分析：

計算：C 46.7%，H 3.5%，N 10.9%，Cl 13.8%；

實驗：C 45.9%，H 3.5%，N 10.9%，Cl 14.6%。

$^1\text{H-NMR}$  分析：3.1 ppm (2H;m)，

3.9 ppm (2H;m)，

4.27 ppm (1H;m)，

7.75 ppm (2H;d)，

8.2 ppm (2H;d)。

## 實施例 G

為製得 1 - 氯 - 3 - 氰異丙基 4 ' - 硝苯基硫醚，將  
3 . 8 4 份 1 - 氯 - 3 - 氰異丙基 4 ' - 硝苯基硫醚 (例  
F) 在 3 0 體積份數冰醋酸中之  $60^{\circ}\text{C}$  溶液，在添加  
0 . 0 0 5 份鎢酸鈉後，摻以 7 體積份數之 3 5 % 強過氧

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

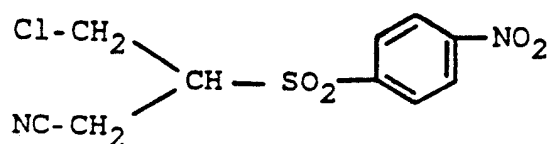
訂

線

## 五、發明說明 (36)

化氫水溶液，以約30分鐘逐漸添加。接著短暫攪拌，然後冷卻至約-15℃，稍後單離沈澱產物。

產生2.6份之下式化合物



白粉型，熔點101℃。

元素分析：

計算：C 41.6%，H 3.1%，N 9.7%，Cl 12.2%；

實驗：C 41.4%，H 3.0%，N 9.7%，Cl 12.4%。

<sup>1</sup>H-NMR分析：3.2 ppm (2H;m)，

4.0 ppm (2H;m)，

4.5 ppm (1H;quint.)，

8.25 ppm (2H;d)，

8.5 ppm (2H;d)。

## 實施例 H

為製1,3-二氯異丙基3'-硝苯基硫醚，氯在-10℃通入在300體積份數二氯甲烷中之55.45份雙(3-硝苯基)二硫醚溶液，接著於此溫度稍加攪拌。接著使無水氯通經反應液約15分鐘，接著在-40℃逐漸添加37體積份數之烯丙氯。短暫攪拌，然後在減壓

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 (37)

下去除揮發物。留下不再純化可用於製備對應磺醯化合物  
(參見例 J) 之棕色油。

少量未加工硫醚以層析純化。產生以下之

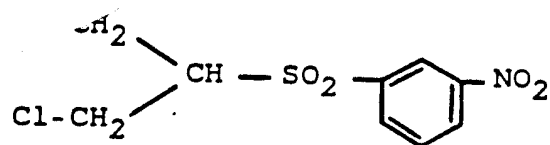
$^1\text{H} - \text{NMR}$  分析值：

4.1 ppm (4H;m), 4.5 ppm (1H;quint.), 7.98 ppm (1H;t)  
, 8.38 ppm (1H;d), 8.61 ppm (1H;d), 8.6 ppm (1H;d)  
。

## 實施例 J

為製得 1, 3 - 二氯異丙基 4' - 硝苯基磺, 將例 H  
之硫醚化合物之 70℃ 溶液, 在添加 0.02 份錫酸鈉後  
, 摻以 80 體積份數之 35% 強過氧化氫水溶液, 逐漸添  
加, 接著在 70℃ 攪拌約 90 分鐘, 然後再添加 20 體積  
份數過氧化氫溶液。短暫攪拌後, 添加 100 份水, 溶液  
冷卻至 0℃, 稍後單離細晶沈澱。

產生 79.5 份下式化合物



熔點 110℃。

元素分析：

計算：C 36.2%, H 3.04%, N 4.7%, Cl 23.8%,

S 10.7%, O 21.4%;

## 五、發明說明 ( 38 )

實驗：C 36.6%，H 3.1%，N 4.7%，Cl 23.5%，  
S 10.6%，O 21.9%。

$^1\text{H}$ -NMR 分析：4.05 ppm (4H;m),  
4.5 ppm (1H;t),  
7.98 ppm (1H;m),  
8.38 ppm (1H;m),  
8.61 ppm (1H;m)。

## 實施例 K

欲製 1-氯異丙基 4'-胺苯基磺，47 份水，20 體積份數二噁烷及 15 份數鋅粉之混合物於 15 至 20℃ 充分攪拌下緩緩添加在 47 體積份數二噁烷中之 6 份 1-氯-3-乙醯氧異丙基 4'-硝苯基磺（例 C）溶液，同時添加 47 體積份數濃鹽酸水溶液，20 份水及 14 體積份數二噁烷之混合物。攪拌在 15 至 20℃ 繼續 15 分鐘，濾除沈澱物並以乙酸鈉調至 pH 4。沈澱產物於稍後分離。產生 5 份下式之細晶白色化合物，熔點 124℃。

## 元素分析：

計算：C 45.3%，H 4.4%，N 4.8%，Cl 12.15%；

實驗：C 45.0%，H 4.75%，N 4.8%，Cl 12.4%。

$^1\text{H}$ -NMR 分析：1.90 ppm (3H;s),  
3.82 ppm (2H;m),  
3.98 ppm (1H;m),

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明( 39)

4.38 ppm (2H;m),

6.2 ppm (2H;br),

6.65 ppm (2H;d),

7.45 ppm (2H;d)。

## 實施例 L

為製 1 - 溴 - 3 - 氯異丙基 4 - 硝苯基硫醚，氯在 - 10 °C 通入 31 份雙 (4 - 硝苯基) 二硫醚在 150 體積份數二氯甲烷中之溶液。接著稍加攪拌，然後通無水氮約 15 分鐘，接著在 - 40 °C 逐漸添加 40 份烯丙溴。再攪拌 1 小時，溶液熱至約 20 °C 並在減壓下去除揮發物。產生 51 份棕晶未加工產物，其用於合成對應磺醯化合物 (參見例 M) 而不純化。

少量未加工產物由等份數之二乙醚及二氯甲烷混合物再結晶。熔點 60 °C；得到以下分析值：

## 元素分析：

計算：C 34.8%，H 2.9%，N 4.5%；

實驗：C 34.9%，H 2.9%，N 4.6%。

<sup>1</sup>H-NMR 分析：3.9 ppm (2H;m),

4.02 ppm (2H;m),

4.27 ppm (1H;quint.)，

7.77 ppm (2H;d)，

8.19 ppm (2H;d)。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

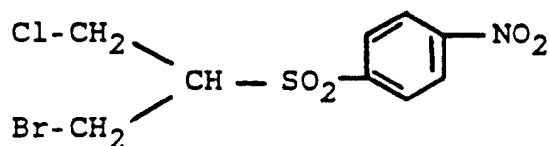
線

## 五、發明說明(40)

## 實施例 M

為製得 1 - 溴 - 3 - 氯異丙基 4 - 硝苯基磺，將 75 份 1 - 溴 - 3 - 氯異丙基 4 - 硝苯基硫醚在 100 體積份數冰醋酸中之 70℃ 溶液，在添加 0.5 份鎢酸鈉後，摻以 86 體積份數之 35% 強過氧化氫水溶液，逐漸添加。接著稍加攪拌，然後冷卻至約 0℃，2 小時後單離沈澱物。

產生 66 份下式之化合物



淡黃晶型，熔點 108℃。

C, H, N 分析：

計算：C 31.5%，H 2.6%，N 4.1%；

實驗：C 30.7%，H 2.6%，N 3.9%。

<sup>1</sup>H-NMR 分析：3.7 ppm (2H;m)，

3.93 ppm (2H;m)，

4.12 ppm (1H;d)，

8.15 ppm (2H;d)，

8.43 ppm (2H;d)。

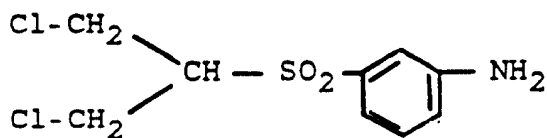
## 實施例 N

## 五、發明說明(41)

為製 1, 3 - 二氯異丙基 4' - 胺苯基磺, 29.8 份 1, 3 - 二氯異丙基 4' - 硝苯基磺, 溶於 300 體積份數冰醋酸中, 在 10 bar 氫壓下 1.5 份鈀/活性炭觸媒 (10% 鈀於活性炭上) 存在下氫化。氫攝取停止後, 在減壓下餾除整體乙酸。殘留物摻以 10 倍量之水並抽氣過濾, 濾器之殘留物乾燥。留下例 C 所示之式的化合物之白晶粉 (24 份)。

## 實施例 P

為製 1, 3 - 二氯異丙基 3' - 胺苯基磺, 25 份 1, 3 - 二氯異丙基 3' - 硝苯基磺 (例 J), 懸浮於 300 體積份數之冰醋酸中, 依例 N 氫化。氫攝取停止後, 餾除整體冰醋酸, 所得殘留物攪入 10 倍量之水中。還原產物先以樹脂狀沈澱, 但稍後則結晶。產物約 20.8 份下式化合物之白色粉。



熔點 69 °C。

C, H, N 元素分析:

計算: C 40.3%, H 4.1%, N 5.2%, Cl 26.4%;

實驗: C 40.5%, H 4.1%, N 5.2%, Cl 26.3%。

## 五、發明說明 ( 42)

$^1\text{H-NMR}$  分析：4.0 ppm (4H;m), 4.07 ppm (1H;m),  
5.65 ppm (2H;br), 6.91 ppm (1H;d),  
7.00 ppm (1H;d), 7.09 ppm (1H;t),  
7.29 ppm (1H;t)。

## 實施例 Q

76 份 4 - ( 1 - 氯 - 3 - 乙醯氧異丙磺醯 ) 苯胺懸浮於 200 體積份數之濃鹽酸水溶液中，熱至 65 - 70  $^{\circ}\text{C}$ ，保持彼溫約 2 小時，然後冷卻並以氫氧化鈉水溶液將 pH 調至 3 及 3.5 間，抽氣過濾沈澱產物。產生 22 份細白粉化合物 4 - ( 1 - 氯 - 3 - 羥異丙磺醯 ) 苯胺，熔點 88  $^{\circ}\text{C}$ 。

## 元素分析：

計算：C 43.3%，H 2.9%，N 5.6%；

實驗：C 42.3%，H 4.5%，N 5.8%。

$^1\text{H-NMR}$  分析 ( 在  $\text{CDCl}_3$  中 )：

2.7 ppm (1H;t,br), 3.3 ppm (1H;m), 3.8 ppm (2H;n),  
4.0-4.2 ppm (2H;m), 4.33 ppm (2H;s,br), 6.75 ppm (1H;d), 7.63 ppm (1H;d)。

## 實施例 R

16.5 份 4 - ( 1 - 氯 - 3 - 羥異丙磺醯 ) 苯胺在 10 - 20  $^{\circ}\text{C}$  導入 50 體積份數之濃硫酸中。混合物接著

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(43)

攪拌2小時，然後倒入300份冰水中。抽濾過濾沈澱產物並乾燥。

產生17.5份白粉化合物4-(1-硫酸根絡-3-氯異丙磺醯)苯胺。

## 元素分析：

計算：C 32.8%，H 3.66%，N 4.24%；

實驗：C 32.5%，H 3.6%，N 4.3%。

$^1\text{H-NMR}$  分析：3.75 ppm (1H;m), 3.84 ppm (2H;d),  
4.0 ppm (1H;m), 4.1 ppm (1H;m),  
6.76 ppm (1H;d), 7.52 ppm (1H;d)。

## 實施例 S

71份氯在0℃氯下以約3小時通入220份硫代酚在807份無水氯苯中之溶液。之後攪拌30分鐘。通以無水氯將過量氯吹出。冷卻至-40℃。以約30分鐘逐漸連續添加烯丙氯。再溫和攪拌45分鐘，然後溫至20℃，在減壓下餾除氯苯。

所得之443份淡黃色油溶於734份乙酸中。添加2份錫酸鈉二水合物，熱至75℃，以約1小時且保持80℃之溫度連續逐漸添加450份35%強之過氧化氫水溶液。接著再攪拌約30分鐘，冷卻至0℃，抽氣濾除白色沈澱，以約70份水洗滌三次並在減壓下乾燥。

506份所得化合物，1,3-二氯異丙基苯磺，溶

## 五、發明說明 ( 44 )

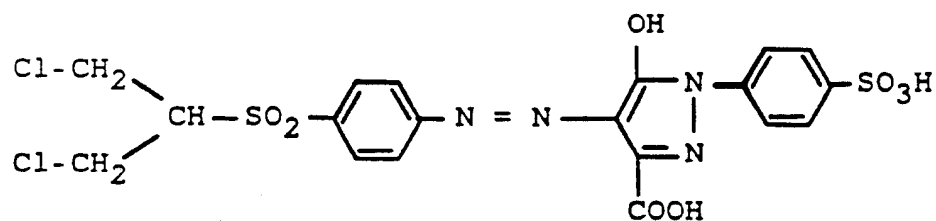
於 950 份 100% 強之硫酸；在 40 至 50℃ 攪拌下以約 1 小時逐漸添加 610 份硝化酸，70% 硫酸及 30% 硝酸。已部分結晶之此批物質接著攪拌 30 分以上，然後導入 4000 份水中。抽氣濾除沈澱產物，以 3000 份水洗滌，磨細，再以 3000 份水洗一次，並乾燥。

所得化合物，1,3-二氯異丙基 3'-硝苯磺，同於例 J 者。

## 實施例 1

9 份 4-(1,3-二氯異丙磺醯)苯胺在 40 份體積丙酮，80 份水及 16 份體積濃鹽酸水溶液之混合物中之懸浮液以習用方式添加亞硝酸鈉重氮化。添加 7.9 份 1-(4'-磺苯基)-3-羧吡唑-5-酮在 55 份水中之鈉鹽中性液，以乙酸鈉調整 pH 至 4。偶聯反應，以習用方式在 15 至 20℃ 進行，結束後，形成之本發明偶氮化合物以氯化鈉鹽析並過濾。

以自由酸型書寫具下式



$$(\lambda_{\max} = 412 \text{ nm})$$

顯示極佳之纖維反應性染料性質。藉纖維反應性染料已知

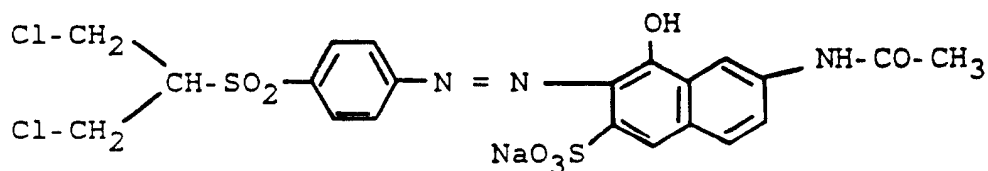
## 五、發明說明 (45)

之施加及固色方法應用在說明所述之材料，尤其是纖維素纖維材料，例如棉，上產生強黃染色及印染，尤其是良好牢度性質，其中尤其可選出耐光，溼耐光及汗漬耐光牢度。

## 實施例 2

9 份 4 - (1, 3 - 二氯異丙磺醯) 苯胺依例 1 重氮化。所得之重氮鹽摻以 13.5 份 2 - 乙醯胺 - 6 - 磺基 - 8 - 萘酚在 30 份水中之鈉鹽中性液，pH 以乙酸鈉設至 4.5，偶聯反應在 15 至 20 °C 完成。

沈澱之下式新穎偶氮化合物



( $\lambda_{\max} = 490 \text{ nm}$ )

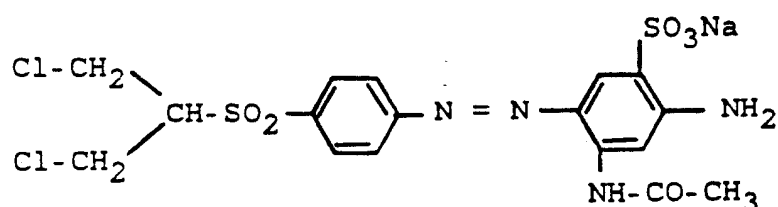
過濾並乾燥。其具極佳之纖維反應性染料性質並施用於說明所述之材料，尤其是纖維素纖維材料，例如棉，其使用纖維反應性染料習用之應用及固色法，產生具良好牢度性質之黃色染色及印色，其中特別可選出耐光，溼耐光及汗漬耐光牢度。

## 實施例 3

## 五、發明說明(46)

10.7份4-(1',3'-二氯異丙磺醯)苯胺依例1重氮化。所得之重氮鹽摻以8份2-磺基-5-乙醯胺苯胺在50份水中之懸浮液，pH以10%強之碳酸鈉設至3，偶聯反應先在20℃30分鐘然後30℃2小時完成，兩過程中pH皆以乙酸鈉保持3。

下式之沈澱新穎偶氮化合物，



$$(\lambda_{\max} = 490 \text{ nm})$$

過濾並乾燥。其具極佳之纖維反應性染料性質並施用於說明所述之材料，尤其是纖維素纖維材料，例如棉，其使用纖維反應性染料習用之應用及固色法，產生具良好牢度性質之橙色染色及印色，其中特別可選出耐光，溼耐光及汗漬耐光牢度。

## 實施例4

8.1份4-(1'-氯-3'-乙醯氧異丙磺醯)苯胺懸浮於30體積份數丙酮，70份水及16體積份數之濃鹽酸水溶液之混合物中並依例1重氮化。所得之重氮鹽液摻以9.4份1-(4'-磺苯基)-3-羧吡啶-5-酮在50份水中之中性液，並在pH4.5及10

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

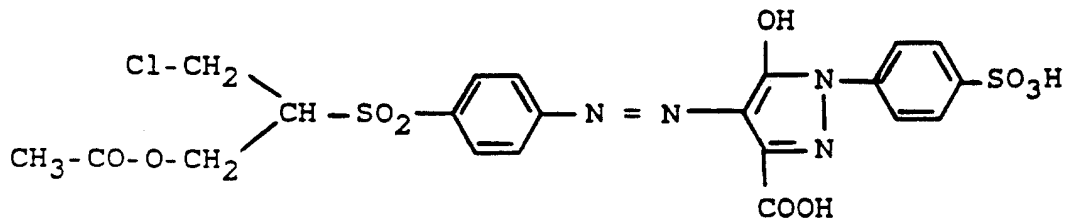
訂

線

## 五、發明說明(47)

與 25 °C 間溫度進行偶聯反應。

下式之偶氮化合物(書以自由酸形成)



$$(\lambda_{\max} = 412 \text{ nm})$$

以 6 份氯化鈉以鈉鹽形式鹽析並單離。其具極佳之纖維反應性染料性質並施用於說明所述之材料，尤其是纖維素纖維材料，例如棉，其使用纖維反應性染料習用之應用及固色法，產生具良好牢度性質之橙色染色及印色，其中特別可選出耐光，溼耐光及汗漬耐光牢度。

## 實施例 5

9 份 3 - (1, 3 - 二氯異丙磺醯) 苯胺在 40 體積分數丙酮，80 份水及 16 體積分數之濃鹽酸水溶液之混合物中之懸浮液添加亞硝酸鈉依習用方式重氮化。然後所得之重氮鹽液混以 13.5 份 2 - 乙醯胺 - 6 - 磺基 - 8 - 萘酚在 30 份水中之鈉鹽中性液，並在 15 至 20 °C 完成偶聯反應。

沈澱之下式新穎偶氮化合物

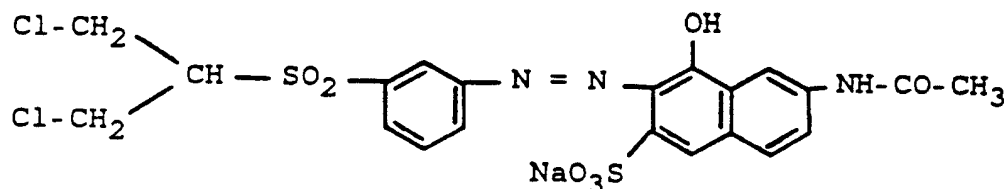
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 48 )



$$(\lambda_{\max} = 488 \text{ nm})$$

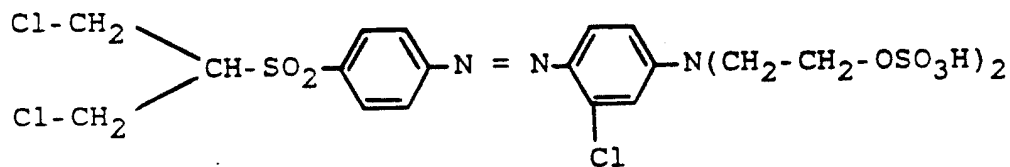
過濾並乾燥。其具極佳之纖維反應性染料性質並施用於說明所述之材料，尤其是纖維素纖維材料，例如棉，其使用纖維反應性染料習用之應用及固色法，產生具良好牢度性質之橙色染色及印色，其中特別可選出耐光，溼耐光及汗漬耐光牢度。

## 實施例 6

10.7 份 4 - (1, 3 - 二氯異丙磺醯) 苯胺之重氮鹽液，依例 1 製得，添加於 16.8 份 N, N - 雙 (β - 硫酸根絡乙基) - 3 - 氯苯胺之 40 體積份數水溶液。偶聯物以鹽酸調至 pH 2 並再攪拌 30 分鐘以完成偶聯反應。為使發明之偶氮染料沈澱，添加 10 份氯化鈉，濾出沈澱物並乾燥。

產生下式之新穎偶氮化合物 (書以自由酸形式)

## 五、發明說明 (49)



$$(\lambda_{\max} = 462 \text{ nm})$$

僅含少量電解鹽（氯化鈉）之黃粉狀鈉鹽形式。發明之偶氮化合物具極佳之纖維反應性染料性質並施用於說明所述之材料，尤其是纖維素纖維材料，例如棉，其使用纖維反應性染料習用之應用及固色法，產生具良好牢度性質之深黃染色及印色，其中特別可選出耐光，溼耐光及汗漬耐光牢度。

## 實施例 7

4 份 4 - ( 1 , 3 - 二氯異丙磺醯 ) 苯胺溶於 8 份濃硫酸並逐漸添加在 40 份冰水中之所需量亞硝酸鈉之溶液。所得之重氮鹽液藉矽藻土澄清並過濾；過量亞硝酸以習用方式藉醯胺硫酸破壞。然後添加 8.4 份單偶氮化合物 2 - [ 4 - ( β - 硫酸根絡乙磺醯 ) - 苯基 ] - 偶氮 - 1 - 胺基 - 8 - 羥苯 - 3 , 6 - 二磺酸之鈉鹽在 100 份水中之懸浮液，調整 pH 至 4.5，偶聯反應在約 20℃ 及此 pH 下完成。

形成之新穎二重氮化合物，其書以自由酸形式，具下式

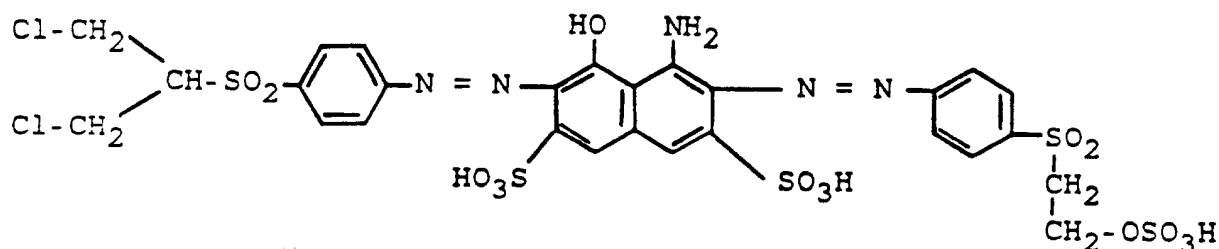
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 (50)



$$(\lambda_{\max} = 594 \text{ nm})$$

以氯化鈉鹽析以鈉鹽形式單離。其具極佳之纖維反應性染料性質並施用於說明所述之材料，尤其是纖維素纖維材料，例如棉，其使用纖維反應性染料習用之應用及固色法，產生具良好牢度性質之深藍染色及印色，其中特別可選出耐光，溼耐光及汗漬耐光牢度。

## 實施例 8

26.6 份 4 - (1, 3 - 二氯異丙磺醯) 苯胺與 40 體積份數濃鹽酸水溶液攪拌成均勻漿液，其於攪拌時 1 次 1 小部分地以 1 小時添加 5 體積份數在 200 份冰水中之 5 N 亞硝酸鈉水溶液。之後逐漸添加另 15 體積份數之 5 N 亞硝酸鈉水溶液。將所得之重氮鹽液澄清並攪入 pH 6 之 23.3 份 1 - (β - 磺乙基) - 4 - 甲基 - 6 - 羥基 - 2 - 吡啶酮在 250 份水中之溶液中。偶聯反應在約 20℃ 及 pH 6 完成，且形成之發明偶氮化合物抽氣過濾並乾燥。

產生下式之化合物的鈉鹽黃染料粉末

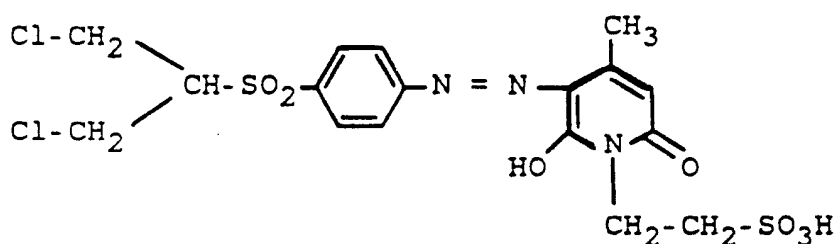
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 51 )



$$(\lambda_{\max} = 409 \text{ nm})$$

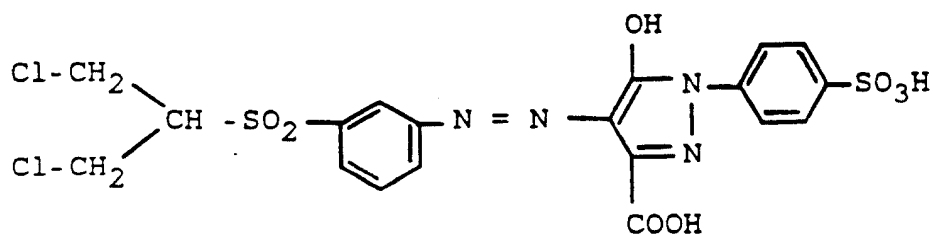
其具極佳之纖維反應性染料性質並施用於說明所述之材料，尤其是纖維素纖維材料，例如棉，其使用纖維反應性染料習用之應用及固色法，產生具良好牢度性質之深黃染色及印色，其中特別可選出耐光，溼耐光及汗漬耐光牢度。

## 實施例 9

9 份 3 - ( 1 , 3 - 二氯異丙磺醯 ) 苯胺在 40 體積份數丙酮，80 份水及 16 體積份數之濃鹽酸水溶液之混合物中之懸浮液添加亞硝酸鈉依習用方式重氮化。然後添加 7.9 份 1 - ( 4 - 磺苯基 ) - 3 - 羧吡唑 - 5 - 酮在 55 份水中之鈉鹽中性液並以乙酸鈉將 pH 調至 4，在 15 至 20℃ 完成偶聯反應後，以氯化鈉鹽析並過濾單離所得之新穎偶氮化合物。

以自由酸書之，其具下式

## 五、發明說明 ( 52 )



$$(\lambda_{\max} = 410 \text{ nm})$$

過濾並乾燥。其極佳之纖維反應性染料性質並施用於說明所述之材料，尤其是纖維素纖維材料，例如棉，其使用纖維反應性染料習用之應用及固色法，產生具良好牢度性質之深黃染色及印色，其中特別可選出耐光，溼耐光及汗漬耐光牢度。

## 實施例 10 至 5 a

以下表例中就特定表例中所示之組份描述其他式 ( 1 ) 之新穎偶氮化合物，其中  $D^1$ ， $D^2$  及  $D^3$  具以下定義：



$D^1 = 4 - (1', 3' - \text{二氯異丙磺醯}) \text{ 苯基}$

$D^2 = 3 - (1', 3' - \text{二氯異丙磺醯}) \text{ 苯基}$

$D^3 = 4 - (1' - \text{氯} - 3' - \text{乙醯氧異丙磺醯}) - \text{苯基}$

此類發明之偶氮化合物可依發明，例如同於上例之一者之方式製自表例所示之重氮及偶聯組份。其具極佳之纖維反應性染料性質且以纖維反應性染料習用之施用及固色

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 53 )

法施加於尤其是纖維素纖維材料時，在特定表例所示之色澤上具有良好牢度性質。

## 式 ( 1 ) 之偶氮化合物

| 實施例 | 基團 D           | 基團 K                                      | 色澤          |
|-----|----------------|-------------------------------------------|-------------|
| 10  | D <sup>1</sup> | 1-(4'-β-硫酸根絡乙磺<br>醯-苯基)-3-甲吡唑-5-<br>酮-4-基 | 黃<br>(418)  |
| 11  | D <sup>2</sup> | 同上                                        | 黃<br>(415)  |
| 12  | D <sup>1</sup> | 1-(4'-β-硫酸根絡乙磺<br>醯-苯基)-3-羧吡唑-5-<br>酮-4-基 | 黃<br>(419)  |
| 13  | D <sup>2</sup> | 同上                                        | 黃<br>(407)  |
| 14  | D <sup>1</sup> | 1-(4'-磺苯基)-3-甲吡<br>唑-5-酮-4-基              | 黃<br>(412)  |
| 15  | D <sup>2</sup> | 同上                                        | 黃<br>(419)  |
| 16  | D <sup>1</sup> | 3-乙醯胺-6-磺基-8-羥<br>基-7-基                   | 黃橙<br>(480) |
| 17  | D <sup>1</sup> | 2-苯醯胺-6-磺基-8-羥<br>基-7-基                   | 紅<br>(491)  |

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 54 )

| 實施例 | 基團 D           | 基團 K                              | 色澤         |
|-----|----------------|-----------------------------------|------------|
| 18  | D <sup>1</sup> | 2-(N-甲基-N-乙醯)胺基<br>-6-碘基-8-羥苯-7-基 | 橙<br>(495) |
| 19  | D <sup>1</sup> | 1-乙醯胺-3,6-二碘基<br>-8-羥苯-7-基        | 紅<br>(498) |
| 20  | D <sup>1</sup> | 1-苯醯胺-4,6-二碘基<br>-8-羥苯-7-基        | 紅<br>(499) |
| 21  | D <sup>1</sup> | 1-苯醯胺-3,6-二碘基<br>-8-羥苯-7-基        | 紅<br>(500) |
| 22  | D <sup>1</sup> | 1-乙醯胺-4,6-二碘基<br>-8-羥苯-7-基        | 紅<br>(497) |
| 23  | D <sup>1</sup> | 3,6-二碘-2-羥苯-1-基                   | 橙<br>(483) |
| 24  | D <sup>2</sup> | 2-乙醯胺-5-碘基-4-<br>胺苯基              | 黃<br>(408) |
| 25  | D <sup>1</sup> | 2-苯醯胺-5-碘基-4-<br>胺苯基              | 黃<br>(491) |
| 26  | D <sup>2</sup> | 同上                                | 黃<br>(410) |
| 27  | D <sup>1</sup> | 2-脲基-5-胺苯基                        | 黃<br>(390) |
| 28  | D <sup>2</sup> | 同上                                | 黃<br>(388) |

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

203063

A6  
B6

## 五、發明說明 ( 55 )

| 實施例 | 基團 D           | 基團 K                              | 色澤          |
|-----|----------------|-----------------------------------|-------------|
| 29  | D <sup>3</sup> | 2-乙醯胺-6-磺基-8-<br>羥苯-7-基           | 橙<br>(489)  |
| 30  | D <sup>2</sup> | 3-乙醯胺-6-磺基-8-<br>羥苯-7-基           | 黃橙<br>(477) |
| 31  | D <sup>2</sup> | 2-苯醯胺-6-磺基-8-<br>羥苯-7-基           | 橙<br>(489)  |
| 32  | D <sup>2</sup> | 2-(N-甲基-N-乙醯)胺基<br>-6-磺基-8-羥苯-7-基 | 橙<br>(492)  |
| 33  | D <sup>2</sup> | 1-乙醯胺-3,6-二磺基<br>-8-羥苯-7-基        | 紅<br>(470)  |
| 34  | D <sup>2</sup> | 1-苯醯胺-4,6-二磺基<br>-8-羥苯-7-基        | 紅<br>(497)  |
| 35  | D <sup>2</sup> | 1-苯醯胺-3,6-二磺基<br>-8-羥苯-7-基        | 紅<br>(497)  |
| 36  | D <sup>2</sup> | 1-乙醯胺-3,6-二磺基<br>-8-羥苯-7-基        | 紅<br>(498)  |
| 37  | D <sup>2</sup> | 3,6-二磺基-2-羥苯-1-基                  | 橙<br>(496)  |
| 38  | D <sup>2</sup> | 2-乙醯胺-5-磺基-4-胺<br>苯基              | 黃<br>(480)  |
| 39  | D <sup>1</sup> | 4-[N,N-二-(β-羥乙基)]<br>-胺苯基         | 黃           |

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 56 )

| 實施例 | 基團 D           | 基團 K                                                   | 色澤          |
|-----|----------------|--------------------------------------------------------|-------------|
| 40  | D <sup>2</sup> | 同上                                                     | 黃<br>(430)  |
| 41  | D <sup>2</sup> | 2-氯-4-[N,N-二-(β-<br>硫酸根絡乙基)]-胺苯基                       | 黃<br>(420)  |
| 42  | D <sup>1</sup> | 4-[N,N-二-β-硫酸根絡<br>乙基)]-胺苯基                            | 黃<br>(432)  |
| 43  | D <sup>2</sup> | 同上                                                     | 黃<br>(430)  |
| 44  | D <sup>1</sup> | 2-氯-5-甲氧-4-[N,N-二-<br>(β-經乙基)]胺苯基                      | 橙黃<br>(437) |
| 45  | D <sup>2</sup> | 2-氯-5-甲氧-4-[N,N-二-<br>(β-經甲基)]胺苯基                      | 橙黃<br>(435) |
| 46  | D <sup>2</sup> | 2-[(4'-(β-硫酸根絡乙磺<br>醯)-苯基)偶氮-1-胺基-<br>3,6-二磺基-8-經苯-7-基 | 深藍<br>(593) |
| 47  | D <sup>1</sup> | 2-4'-(β-磺苯基)偶氮-1-<br>胺基-3,6-二磺基-8-經苯<br>-7-基           | 深藍<br>(596) |
| 48  | D <sup>2</sup> | 同上                                                     | 深藍<br>(594) |
| 49  | D <sup>1</sup> | 2-(2',5'-二磺苯基)偶氮<br>-1-胺基-3,6-二磺基-8-<br>經苯-7-基         | 深藍<br>(590) |

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 57 )

| 實施例 | 基團 D           | 基團 K                                | 色澤          |
|-----|----------------|-------------------------------------|-------------|
| 50  | D <sup>2</sup> | 同上                                  | 深藍<br>(588) |
| 51  | D <sup>2</sup> | N-(β-磺乙基)-4-甲基-2-<br>羥吡-6-酮-3-基     | 黃<br>(407)  |
| 52  | D <sup>1</sup> | 1-N-乙基-4-甲基-5-胺基<br>甲醯-2-羥吡-6-酮-3-基 | 黃<br>(404)  |
| 53  | D <sup>2</sup> | 同上                                  | 黃<br>(402)  |
| 54  | D <sup>1</sup> | N-乙基-4-甲基-5-磺甲基-<br>2-羥吡-6-酮-3-基    | 黃<br>(408)  |
| 55  | D <sup>2</sup> | 同上                                  | 黃<br>(406)  |
| 56  | D <sup>1</sup> | N-乙基-4-甲基-5-氰基<br>-2-羥吡-6-酮-3-基     | 黃<br>(405)  |
| 57  | D <sup>2</sup> | 同上                                  | 黃<br>(403)  |
| 58  | D <sup>1</sup> | N-乙基-4-甲基-5-磺基<br>-2-羥吡-6-酮-3-基     | 黃<br>(404)  |
| 59  | D <sup>2</sup> | 同上                                  | 黃<br>(402)  |

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

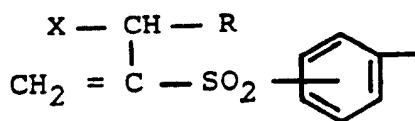
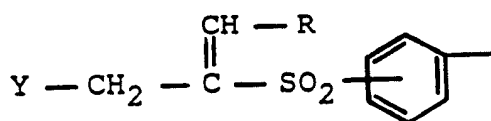
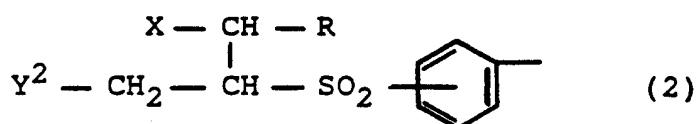
線

四、中文發明摘要(發明之名稱： 水溶性偶氮化合物，彼之製法及用途)

描述一種式(1)之水溶性偶氮化合物



式中D為基團式(2)，(2a)或(2b)

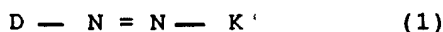


式中Y為可藉鹼去除形成乙烯基之取代基，Y<sup>2</sup>為Y定義之一或為羥基，X為氯或溴，且R為氫，低烷基，苯基或鹵素，且K為可另含偶氮基之可單偶聯之偶聯組份之基，或可雙偶聯之偶聯組份之基。

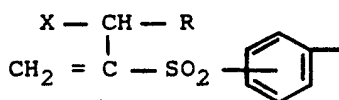
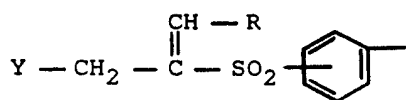
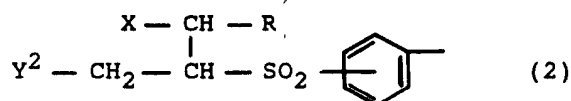
式(1)化合物具纖維反應性且極適用為含羥基及／

英文發明摘要(發明之名稱：Water soluble azo compounds, preparation thereof and use thereof as dyes)

There are described water soluble azo compounds conforming to the formula (1)



where D is a radical of the formula (2), (2a) or (2b)



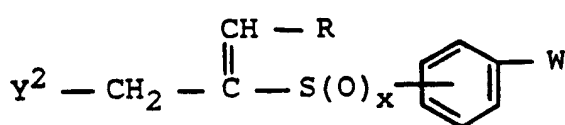
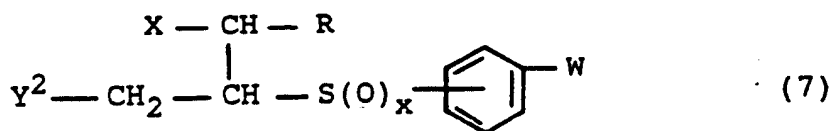
附註：本案已向

國(地區) 申請專利，申請日期：1990. 12. 1 案號：B 40 38 343.1  
德國 1991. 9. 18 P 41 31 050.0

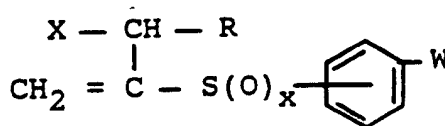
## 四、中文發明摘要(發明之名稱：

或碳氧胺物質之強固色彩染料，尤其是纖維材料，例如纖維素纖維材料，羊毛及合成聚醯胺纖維。

亦描述式(7)，(7a)及(7b)之新穎原料化合物



(7a)



(7b)

式中  $\text{Y}^2$ ，X及R各如上定義，X為0或2且QW為硝基或胺基。可得自式(7)化合物，式中W為硝基，之硝基還原的式(7)苯胺化合物可用為製備式(1)偶氮化合物之重氮組份。

## 英文發明摘要(發明之名稱：

where Y is a substituent which is eliminable by alkali to form a vinyl group,  $\text{Y}^2$  has one of the meanings of Y or is hydroxyl, X is chlorine or bromine, and R is hydrogen, lower alkyl, phenyl or halogen, and K is a radical of a singly couplable coupling component which may additionally contain an azo group, or the radical of a doubly couplable coupling component.

The compounds of the formula (1) have fiber-reactive properties and are very highly suitable for use as dyes for dyeing hydroxy- and/or carboxamido-containing material, in particular fiber material, for example cellulose-fiber materials, wool and synthetic polyamide fibers, in strong, fast shades.

There are also described novel starting compounds of the formulae (7), (7a) and (7b)

附註：本案已向

國(地區)申請專利，申請日期：

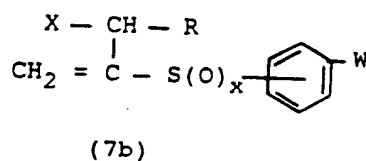
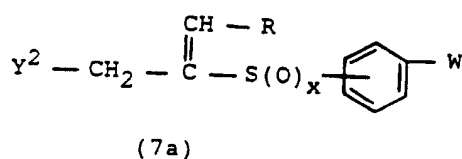
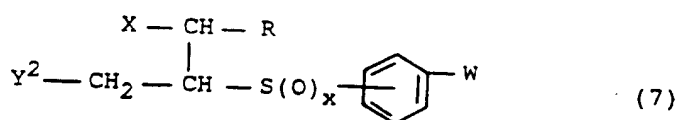
案號：

四、中文發明摘要(發明之名稱:)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

英文發明摘要(發明之名稱:)



where  $\text{Y}^2$ , X and R are each as defined above, x is zero or 2 and W is nitro or amino. The aniline compounds of the formula (7) obtainable from the compounds of the formula (7) where W is nitro by reduction of the nitro group can be used as diazo component for preparing the azo compounds of the formula (1).

附註：本案已向

國(地區) 申請專利，申請日期：

案號：

線

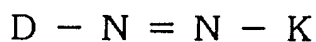
203003

87年1月6日 修正  
補充公告  
B7  
C7  
D7六、申請專利範圍  
附件：第80108921號專利申請案

中文申請專利範圍修正本

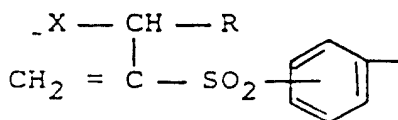
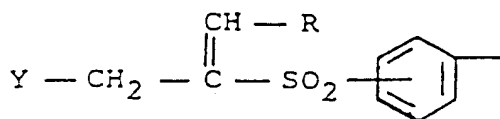
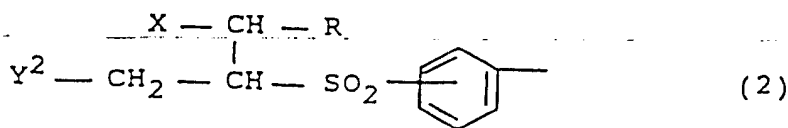
民國82年1月修正

1. 一種式(1)之水溶性偶氮化合物



式中

D 為式(2), (2a) 或 (2b) 之基團



式中

Y 為可藉鹼消除而形成乙烯基之取代基,

附於苯環之磺醯基相對於自由鍵較好為間位或對位,

Y<sup>2</sup> 為具 Y 定義之一或為羥基, 磺醯基, 較好鍵結於

苯環相對於自由鍵為間或對位之處,

X 為氯或溴, 且

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

203063

A7

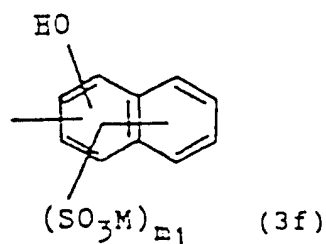
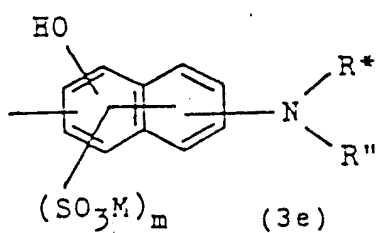
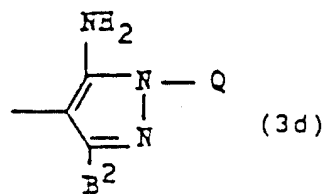
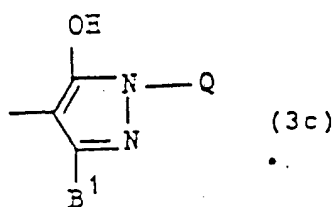
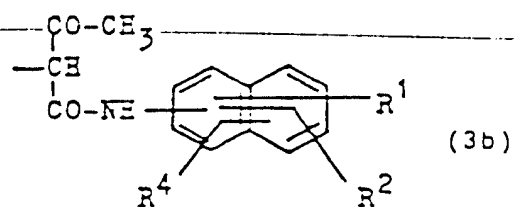
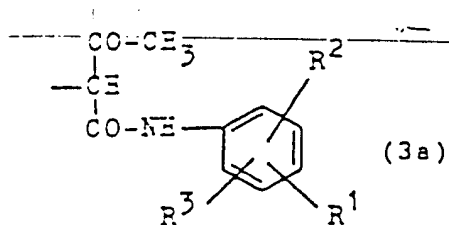
B7

C7

D7

## 六、申請專利範圍

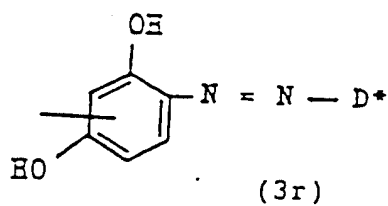
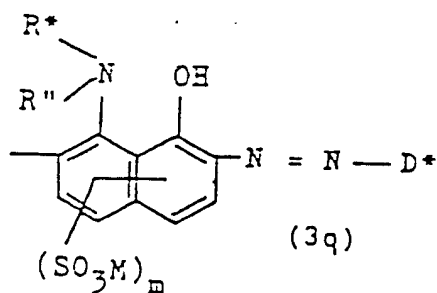
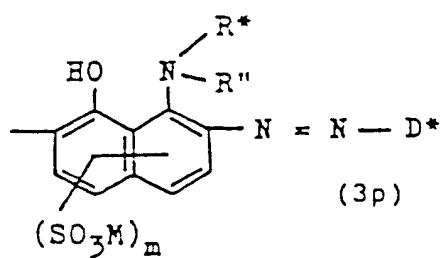
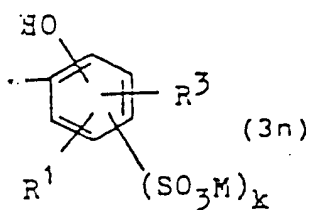
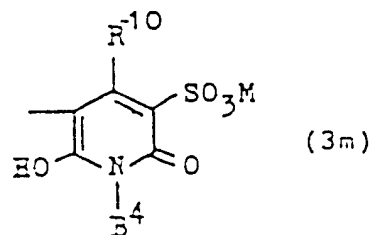
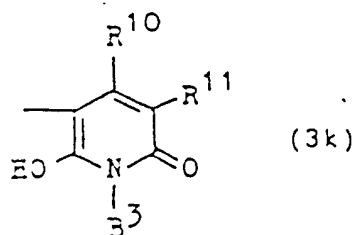
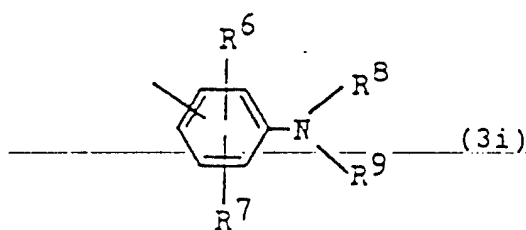
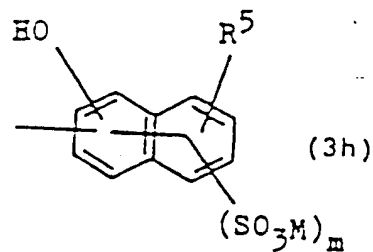
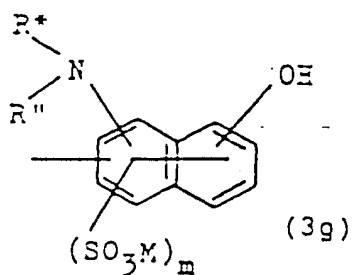
R 為氫，具 1 至 4 個碳原子之烷基，苯基或鹵素，  
 K 具下列式 (3a)，(3b)，(3c)，(3d)，  
 (3e)，(3f)，(3g)，(3h)，  
 (3i)，(3k)，(3m)，(3n)，(3p)  
 (3q)，(3r)，(3s) 或 (3t) 之基  
 :



203063

A7  
B7  
C7  
D7

## 六、申請專利範圍

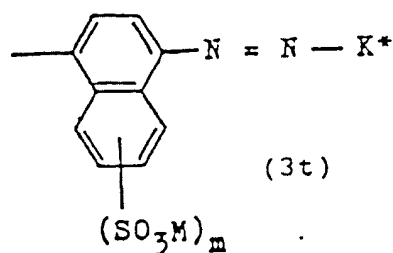
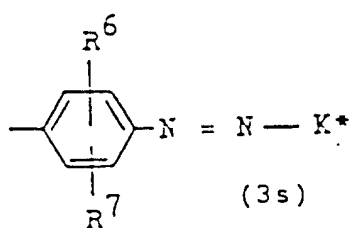


(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 六、申請專利範圍



此類型中，定義為：

- $R^1$  為氫，羧基，磺基或式  $-G^*-SO_2-Y^1$  之基，式中  $Y^1$  為乙烯基或乙基，其在  $\beta$ -位置上包含一被鹼消除而形成乙烯基之取代基，且  $G^*$  為一直接鍵結，伸甲基或伸乙基或式  $-O-(CH_2)_3-$  或  $-O-CH_2-CH(CH_3)-$  之伸丙氧基；
- $R^2$  為氫，具 1 至 4 個碳原子之烷基，具 1 至 4 個碳原子之烷氧基，氯，溴，羧基或磺基；
- $R^3$  為氫，具 1 至 4 個碳原子之烷基，具 1 至 4 個碳原子之烷氧基，氯或溴；
- $R^4$  為氫，磺基或羧基；
- $M$  為氫或鹼金屬；
- $B^1$  為具 1 至 4 個碳原子之烷基，羧基，具 2 至 5 個碳原子之羧烷氧基，胺基甲醯，苯基或經 1 或 2 個選自磺基，羧基，甲基，乙基，甲氧，乙氧及氯中之取代基所取代之苯基；
- $B^2$  為具 1 至 4 個碳原子之烷基，羧基，具 2 至 5 個碳原子之羧烷氧基，胺基甲醯，苯基或經 1 或 2 個選自含有 1 至 4 個碳原子之烷基，1 至 4 個碳原子之

## 六、申請專利範圍

- 烷氧基，氯，溴及磺基中之取代基所取代之苯基；
- Q 為苯基，其可未取代或經 1，2，或 3 個選自氯，  
溴，甲基，乙基，甲氧，乙氧，羧基，磺基及具 2  
至 5 個碳原子之烷醯胺基及／或式  $-SO_2-Y'$   
之基中之取代基所取代，式中  $Y'$  為乙烯基或乙基  
，其  $\beta$ -位置含碱可去除之取代基，
- R<sup>\*</sup> 為氫或具 1 至 4 個碳原子之烷基，其未取代或經苯  
基或經磺基及／或  $-SO_2-Y'$  取代之苯基所取代  
，式中  $Y'$  如上定義，或為具 2 至 5 個碳原子之烷  
醯基，或經取代或未取代之苯磺醯，或經取代或未  
取代之苯醯基；
- R<sup>"</sup> 為氫或具 1 至 4 個碳原子之烷基，其可未取代或經  
苯基，磺苯基或式  $-SO_2-Y'$  之基取代，式中  
 $Y'$  如上定義，或為未取代之苯基，或經 1 或 2 個  
選自 1 至 4 個碳原子之烷基，1 至 4 個碳原子之烷  
氧基，氯，溴，磺酸及  $-SO_2-Y'$  中之取代基所  
取代之苯基，式中  $Y'$  如上定義；
- R<sup>5</sup> 為苯脲基，其苯基可未取代或經式  $-SO_2-Y'$  之  
基所取代，式中  $Y'$  如上定義，或為 2 至 5 個碳原  
子之烷醯胺基，其可在烷基上未取代或經式  
 $-SO_2-Y'$  之基取代，式中  $Y'$  如上定義，或為  
3 至 5 個碳原子之烯醯胺基，或為苯醯胺，其可未取  
代或經選自氯，甲基，甲氧，硝基，磺基，羧基及  
 $-SO_2-Y'$  中之取代基所取代，式中  $Y'$  如上定

# 六、申請專利範圍

- R<sup>6</sup> 為氫，1至4個碳原子之烷基，1至4個碳原子之烷氧基，磺基，羧基，2至5個碳原子之羧烷氧，鹵素，或1至4個碳原子之烷氧基，其未取代或經羥基，乙醯氧，羧基，胺基甲醯，氰基或鹵素所取代；
- R<sup>7</sup> 為氫，1至4個碳原子之烷基，1至4個碳原子之烷氧基，鹵素，氰基，三氟甲基，1至4個碳原子之烷氧基，其經羥基，乙醯氧，羧基，胺基甲醯，氰基或鹵素，或經式  $-SO_2-Y^1$ ，式中  $Y^1$  如上定義，所取代，或為2至5個碳原子之烷醯胺，其可未取代或經氯，溴，1至4個碳原子之烷氧基，苯氧，苯基，羥基，羧基，或磺基或式  $-SO_2-Y^1$ ，式中  $Y^1$  如上定義，所取代，或為2至5個碳原子之烯醯胺基，其可未取代或經氯，溴，羧基或磺基所取代，或為苯醯胺，其苯環可未取代或經取代，係經選自氯，甲基，磺基及式  $-SO_2-Y^1$ ，式中  $Y^1$  如上定義，中之取代基取代，或為1至4個碳原子之烷磺醯或苯磺醯，其苯環可未取代或經取代，係經選自氯，甲基，磺基及式  $-SO_2-Y^1$  之基，式中  $Y^1$  如上定義，中之取代基取代，或為1至4個碳原子之烷磺醯胺，其可未取代或經羥基，硫酸根絡，氯，溴，1至4個碳原子之烷氧基或式  $-SO_2-Y^1$  之基，式中  $Y^1$  如

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝 訂

## 六、申請專利範圍

上定義，所取代，或為苯磺醯胺，其苯環可未取代或經取代，係經選自氯，甲基，磺基及式

$-SO_2-Y'$ 之基，式中 $Y'$ 如上定義，中之取代基取代，或為胺基甲醯，其可在氮原子上經單取代或二取代，其取代基屬於1至4個碳原子之烷基，經取代之1至4個碳原子之烷基（經經基，磺基，羧基，硫酸根絡，苯基或式 $-SO_2-Y'$ 基，式中 $Y'$ 如上定義，取代），5至8個碳原子之環烷基，苯基及經取代之苯基中（其取代基選自氯，磺基，甲基，甲氧，羧基及式 $-SO_2-Y'$ 之基，式中 $Y'$ 如上定義），或為胺磺醯，其氮原子可經1或2取代基單一或二取代，其取代基屬於1至4個碳原子之烷基，經取代之1至4個碳原子之烷基（經經基，磺基，羧基，硫酸根絡，苯基或式

$-SO_2-Y'$ 基取代，式中 $Y'$ 如上定義），5至8個碳原子之環烷基，苯基及經取代苯基中（經選自氯，磺基，甲基，甲氧，羧基，及式

$-SO_2-Y'$ 之基取代，式中 $Y'$ 如上定義），或為脲基或終端氮原子經1或2取代基所單一或二取代之脲基，其取代基屬於1至4個碳原子之烷基，經例如經基，磺基，羧基，硫酸根絡，苯基或式

$-SO_2-Y'$ 之基，式中 $Y'$ 如上定義，所取代之1至4個碳原子之烷基，5至8個碳原子之環烷基，苯基及經取代之苯基中（經選自氯，磺基，甲基，

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

## 六、申請專利範圍

甲氧，羧基及式  $-SO_2-Y'$  基，式中  $Y'$  如上定義，中之取代基取代）；

$R^8$  為氫或 1 至 4 個碳原子之烷基，其未取代或經經基，磺基，羧基，硫酸根絡，式  $-SO_2-Y'$  基，式中  $Y'$  如上定義，苯基或磺苯基所取代，或為具 2 至 4 個碳原子之烯基，其可未取代或經羧基，磺基，氯或溴取代，或為 5 至 8 個碳原子之環烷基；

$R^9$  為氫或 1 至 4 個碳原子之烷基，其可未取代或經經基，磺基，羧基，硫酸根絡，苯基或  $-SO_2-Y'$ ，式中  $Y'$  如上定義，所取代，或為 2 至 5 個碳原子之烯基，其未取代或經羧基，磺基或  $-SO_2-Y'$  取代，式中  $Y'$  如上定義，或經氯或溴取代，或

$R^9$  為 5 至 8 個碳原子之環烷基或苯基，其可未取代或經選自氯，磺基，甲基，甲氧，羧基及  $-SO_2-Y'$ ，式中  $Y'$  如上定義，中之取代基取代，或為苯基，其可經 1，2 或 3 個磺基或 1 或 2 個磺基及 1 或 2 個式  $-SO_2-Y'$ ，式中  $Y'$  如上定義，或僅經一個  $-SO_2-Y'$  取代；或

$R^8$  及  $R^9$  與氮原子共同示 N-哌啶基、N-嗎啉基或 N-哌嗪基；

$R^{10}$  為氫或 1 至 4 個碳原子之烷基，或經具 1 至 4 個碳原子之烷氧基或氰基取代之 1 至 4 個碳原子烷基；

$R^{11}$  為氫，羧基，磺基，具 1 至 4 個碳原子伸烷基之磺

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 六、申請專利範圍

烷基，氰基或胺基甲醯；

B<sup>3</sup> 為氫或 1 至 6 碳原子之烷基，其可未取代或經苯基，磺苯基或式  $-SO_2-Y'$  之基取代，式中  $Y'$  如上定義；

B<sup>4</sup> 為氫，具 1 至 4 個碳原子之烷基，或經 1 至 4 個碳原子之烷氧基，磺基，羧基，硫酸根絡，苯基，磺苯基，乙醯胺，苯醯胺，氰基或式  $-SO_2-Y'$  之基，式中  $Y'$  如上定義，所取代之具 1 至 4 個碳原子之烷基，或為具 2 至 4 個碳原子之烯基，環己基，苯基，或經選自羧基，磺基，苯醯胺，乙醯胺， $-SO_2-Y'$ ，式中  $Y'$  如上定義，及氯中之取代基取代之苯基；

k 為 0 或 1；

m 為 1 或 2；

m<sub>1</sub> 為 1，2 或 3；

D\* 為式 (2)，(2a) 或 (2b) 之基，或可經 1，2，或 3 個選自具 1 至 4 個碳原子之烷基，具 1 至 4 個碳原子之烷氧基，氯，溴，羥基，羧基，磺基，胺基甲醯，胺基磺醯及具 2 至 5 個碳原子之烷醯胺，及 / 或式  $-SO_2-Y'$ ，式中  $Y'$  如上定義，中的取代基所取代，此取代基中之一者較好為磺基或羧基，且  $-SO_2-Y'$  基較好對於偶氮基為間或對位，或 D\* 為經 1，2 或 3 個磺基或經 1 或 2 個磺基及 1 或 2 個式  $-SO_2-Y'$  基，式中  $Y'$  如

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 六、申請專利範圍 上定義。

2. 如申請專利範圍第1項之偶氮化合物，其中K為式(3c)，(3f)，(3h)，(3i)，(3p)或(3q)之基團，且其中式(3c)，(3f)，(3h)，(3i)，(3p)與(3q)之定義為如申請專利範圍第1項中所述者。

3. 如申請專利範圍第1項之偶氮化合物，其中K為式(3d)，(3e)，(3k)或(3m)之基團，且其中式(3d)，(3e)，(3k)或(3m)之定義為如申請專利範圍第1項中所述者。

4. 如申請專利範圍第2項之偶氮化合物，其中K為式(3c)或(3i)之基，式中

- B<sup>1</sup> 為甲基，羧基或具2至5個碳原子之羧烷氧基，  
 Q 為苯基，其經磺基及／或式-SO<sub>2</sub>-Y<sup>1</sup>之基取代，式中Y<sup>1</sup>如申請專利範圍第1項之定義，但較好為β-硫酸根絡乙基，  
 R<sup>6</sup> 為氫，磺基，甲基，乙基，甲氧或乙氧，  
 R<sup>7</sup> 為氫，甲基，乙基，甲氧，乙氧，氯，胺基，經取代之胺基，具2至5個碳原子之烷醯胺，苯醯胺或苯磺醯胺，  
 R<sup>8</sup> 為氫，甲基，乙基或經經基-，磺基-，硫酸根絡-或羧基-取代之具2至4個碳原子之烷基，且  
 R<sup>9</sup> 為氫，甲基，乙基或具2至4個碳原子之烷基，其經經基，磺基，硫酸根絡或羧基取代。

## 六、申請專利範圍

5. 如申請專利範圍第3項之偶氮化合物，其中K為式(3e)，(3k)或(3m)之基，式中

R<sup>\*</sup> 為乙醯，磺苯醯或苯醯，

R<sup>"</sup> 為氫或具1至4個碳原子之烷基，

m 為1或2，

M 為氫或碱金屬，

R<sup>10</sup> 為氫或較佳為甲基，

R<sup>11</sup> 為氫，氰基，磺甲基，胺甲醯或羧基，

B<sup>3</sup> 為氫，乙基或經磺基-，苯基-或磺苯基取代之具2至4個碳原子之烷基，且

B<sup>4</sup> 為氫，甲基，乙基或經磺基-，苯基-或磺苯基取代之具2至4個碳原子之烷基。

6. 如申請專利範圍第3項之偶氮化合物，其中，K為式(3p)之基，式中

R<sup>\*</sup> 為乙醯，磺苯醯或苯醯或較佳為氫，

R<sup>"</sup> 為具1至4個碳原子之烷基或較佳為氫，

m 為2，且

M 為氫或碱金屬。

7. 如申請專利範圍第1-6項中任一項之偶氮化合物，其中R為氫。

8. 如申請專利範圍第7項之偶氮化合物，其中X為氮。

9. 如申請專利範圍第1-6中任一項之偶氮化合物，其中X為氮。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

203085

A7  
B7  
C7  
D7

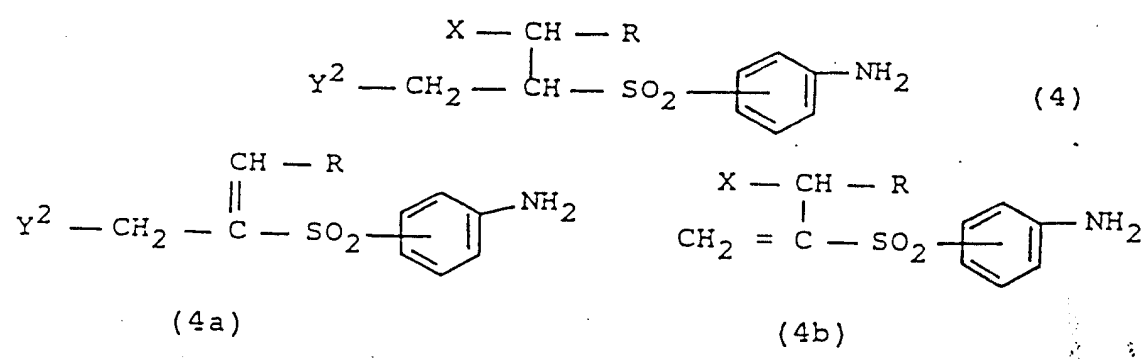
六、申請專利範圍

1 0 . 如申請專利範圍第 9 項之偶氮化合物，其中 Y 為硫酸根絡或較佳為氯。

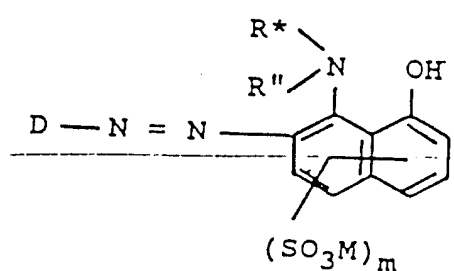
1 1 . 如申請專利範圍第 1 - 6 項中任一項之偶氮化合物，其中 Y 為硫酸根絡或較佳為氯。

1 2 . 如申請專利範圍第 1 至 6 項中任一項之偶氮化合物，其中 D 為式 (2) 之基。

1 3 . 一種如申請專利範圍第 1 項之式 (1) 化合物的製法，其包括使具式 (4)，(4 a) 或 (4 b)



之胺基化合物的重氮化合物，式中 R，X 及 Y<sup>2</sup> 如申請專利範圍第 1 項中之定義，與式 H - K 之偶聯組份反應，式中 K 如申請專利範圍第 1 項中之定義，或在製備式中 K 為式 (3 a) 之基之式 (1) 二重氮化合物時，以式 D\* - NH<sub>2</sub>，式中 D\* 如申請專利範圍第 1 項中之定義，之重氮化合物將下式之單偶氮化合物偶聯



(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝  
訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

203063

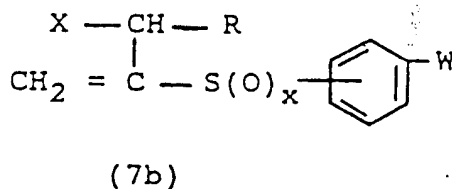
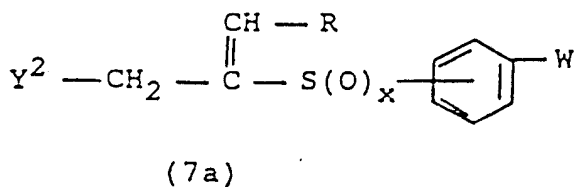
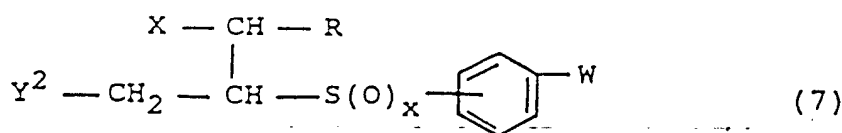
# 六、申請專利範圍

式中 D, R<sup>\*</sup>, R<sup>''</sup>, M 及 m 各如申請專利範圍第 1 項中之定義, 並依使用式 (4) 或 (4 a) 之情況, 式中 Y<sup>2</sup> 為羟基, 若需要則將形成之偶氮化合物中之羟基 Y<sup>2</sup> 轉化成式 (1) 中之 Y 基。

14. 一種如申請專利範圍第 1 項之式 (1) 化合物, 其係用於將含羟基—及/或碳氧醯胺—之材料, 尤其是纖維材料染色 (包括印染)。

15. 一種將含羟基—及/或碳氧醯胺—之材料, 尤其是纖維材料, 染色之方法, 其係將染料導於或入材料並藉熱及/或碱劑固色, 其包括使用如申請專利範圍第 1 項之式 (1) 化合物。

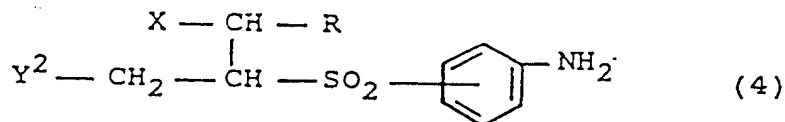
16. 一種化合物, 其具式 (7), (7 a) 或 (7 b)



- X 為氯或溴,  
R 為氫, 具 1 至 4 個碳原子之烷基, 苯基或氫,  
x 為 0 或 2  
W 為硝基或胺基, 且

Y<sup>2</sup> 六、申請專利範圍  
為羟基或可藉碱消除而形成乙烯基之取代基。

17. 如申請專利範圍第16項之化合物，其具式  
(4)



式中 X 及 R 各如申請專利範圍第16項中之定義，且 Y<sup>2</sup> 為可藉碱消除形成乙烯基之取代基。

18. 如申請專利範圍第16或17項之化合物，其中 R 為氫。

19. 如申請專利範圍第16或17項之化合物，其中 X 為氯。

20. 如申請專利範圍第16或17項之化合物，其中 Y<sup>2</sup> 為氯，溴，氰基，具2至5個碳原子之烷醯氧基或硫酸根絡基，或較佳為氯，溴，氰基或乙醯氧基。

21. 一種如申請專利範圍第1項之式(7)化合物的製法，其包括使硝基苯亞磺醯鹵化物與式(8)化合物反應



式中 Y<sup>2</sup> 及 R 各如申請專利範圍第16項中之定義，形成式(7)化合物，式中 Y<sup>2</sup>，X 及 R 各如申請專利範圍第

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝訂

203065

六、申請專利範圍

1 6 項之定義， $x$  為 0 且  $W$  為硝基，若製備式 (7) 化合物，式中  $R$  及  $Y^2$  各如上定義， $x$  為 2 且  $W$  為硝基，則使式 (7) 化合物，式中  $Y^2$ ， $X$  及  $R$  各如上定義， $x$  為 0 且  $W$  為硝基，與氧化劑反應，且若製備式 (7) 化合物，式中  $Y^2$ ， $X$  及  $R$  各如上定義， $x$  為 2 且  $W$  為胺基，則將式 (7) 化合物，式中  $Y^2$ ， $X$  及  $R$  各如上定義， $x$  為 2 且  $W$  為硝基，中之硝基還原。

2 2. 一種如申請專利範圍第 1 6 項之式 (7)，(7 a) 或 (7 b) 化合物，式中  $Y^2$ ， $X$  及  $R$  各如申請專利範圍第 1 6 項中之定義， $x$  為 2 且  $W$  為胺基，其係用為合成偶氮化合物時之重氮組份。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝  
訂  
線