

CH 684 408 A5



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT  
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

① CH 684 408 A5

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>: C 09 B 29/036  
C 09 B 43/11  
D 06 P 1/18  
B 41 M 5/26

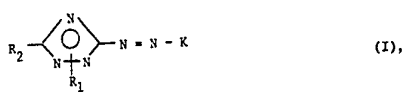
**Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein**  
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ PATENTSCHRIFT A5

⑳ Gesuchsnummer:	2477/92	㉚ Inhaber:	Sandoz AG, Basel
㉑ Anmeldungsdatum:	07.08.1992		
㉓ Priorität(en):	12.08.1991 DE 4126591		
㉔ Patent erteilt:	15.09.1994		
㉕ Patentschrift veröffentlicht:	15.09.1994	㉗ Erfinder:	Matzinger, Peter, Dr., Binningen

⑤④ Azo-Dispersionsfarbstoffe.

⑤⑦ Die Azoverbindungen der Formel I



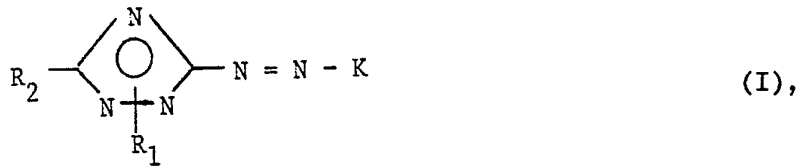
worin  
R<sub>1</sub> gegebenenfalls substituiertes Alkyl, Phenyl, C<sub>3</sub>-5-Alkanyl oder C<sub>3</sub>-5-Alkynyl,  
R<sub>2</sub> einen negativen Substituenten, vorzugsweise Trifluor-, Mono-, Di- oder Trichlor- oder -brom-methyl, Formyl, Aminocarbonyl, Cyan, Alkylcarbonyl, Alkoxy-carbonyl oder Carboxyl; oder Phenyl, Alkoxy-carbonyl oder Carboxyl tragendes C<sub>3</sub>-5-Alkenyl oder Alkynyl  
und K den Rest einer von wasserlöslich machenden Gruppen freien Kupplungskomponente  
bedeuten, wobei die Alkyl- und Alkoxygruppen 1 bis 4 Kohlenstoffatome enthalten, eignen sich ausgezeichnet als Dispersionsfarbstoffe, zum Färben, Klotzfärben oder Bedrucken von hydrophobem Fasermaterial und für den Transferdruck.



CH 684 408 A5

## Beschreibung

Es wurde gefunden, dass sich die Azoverbindungen der Formel I



worin

R<sub>1</sub> gegebenenfalls substituiertes Alkyl, Phenyl, C<sub>3-5</sub>-Alkenyl oder C<sub>3-5</sub>-Alkynyl,

R<sub>2</sub> einen negativen Substituenten, vorzugsweise Trifluor-, Mono-, Di- oder Trichlor- oder -brom-methyl, Formyl, Aminocarbonyl, Cyan, Alkylcarbonyl, Alkoxy-carbonyl oder Carboxyl; oder Phenyl, Alkoxy-carbonyl oder Carboxyl tragendes C<sub>3-5</sub>-Alkenyl oder C<sub>3-5</sub>-Alkynyl

und K den Rest einer von wasserlöslich machenden Gruppen freien Kupplungskomponente

bedeuten, wobei die Alkyl- und Alkoxygruppen 1 bis 4 Kohlenstoffatome enthalten, ausgezeichnet als Dispersionsfarbstoffe, zum Färben, Klotzfärben oder Bedrucken von Fasern oder Fäden oder daraus hergestellten Materialien aus voll- oder halbsynthetischen, hydrophoben, hochmolekularen organischen Stoffen eignen.

Ausserdem eignen sie sich sehr gut für den Thermo-Transferdruck der z.B. aus US-PS 4 720 480, 4 820 686 und Europ. Anmeldung 194 106 bekannt ist.

Der Rest K in Formel I ist im allgemeinen ein Rest der Anilin-, Naphthylamin-, Naphthol-, Pyridin-, Pyridon-, Pyrazol-, Pyrazolon-, Pyrimidon-, Tetrahydrochinolin-, Benzmorpholin-, Pyrrol-, Cumarin-, Thiazol-, Indol-, Carbazol- oder Oxazolreihe oder der Rest einer Verbindung mit aktivierter Methylengruppe.

Bevorzugt sind Reste K, die der Formel V entsprechen



worin

R<sub>3</sub> Wasserstoff, C<sub>1-2</sub>-Alkyl, Alkoxy oder Halogen,

R<sub>4</sub> Wasserstoff, Alkyl, C<sub>1-4</sub>-Acyl, Benzoylamino, Alkylcarbonylamino, Alkoxy-carbonylamino, C<sub>1-3</sub>-Alkyl-sulfonylamino, C<sub>2-4</sub>-Alkenyl-carbonylamino, wobei die genannten Alkyl- und Alkoxyreste ein Halogen, Hydroxyl, Alkoxy, Phenyl oder Phenoxy tragen können.

R<sub>5</sub> C<sub>1-8</sub>-Alkyl oder einen in der Chemie der Dispersionsfarbstoffe üblichen Substituenten tragendes C<sub>1-6</sub>-Alkyl, das als zweiten Substituenten eine Hydroxylgruppe tragen kann, C<sub>3-8</sub>-Alkenyl oder C<sub>3-8</sub>-Alkynyl, das gegebenenfalls durch Halogen oder Phenyl substituiert sein kann, Cyclohexyl, das bis zu drei Methylgruppen tragen kann, oder Phenyl, das durch Halogen, Methyl oder C<sub>1-2</sub>-Alkoxy substituiert sein kann,

R<sub>6</sub> Wasserstoff oder eine der Bedeutungen von R<sub>5</sub>, mit Ausnahme von gegebenenfalls substituiertem Phenyl oder Cyclohexyl,

oder R<sub>5</sub> und R<sub>6</sub> gemeinsam mit dem an sie gebundenen Stickstoffatom, ein heterocyclisches Ringsystem bedeuten,

wobei alle Alkyl- und Alkoxygruppen, falls nicht anders angegeben, 1 bis 4, vorzugsweise 1 oder 2 Kohlenstoffatome enthalten und unter Halogen, neben Fluor und Jod, vorzugsweise Chlor oder Brom zu verstehen ist.

Unabhängig voneinander und von den übrigen Substituenten bedeuten vorzugsweise

R<sub>3</sub> Wasserstoff oder C<sub>1-2</sub>-Alkyl, insbesondere Wasserstoff,

R<sub>4</sub> Wasserstoff, Methyl, C<sub>1-2</sub>-Alkylcarbonylamino, Acryloylamino, Benzoylamino oder C<sub>1-2</sub>-Alkylsulfonylamino,

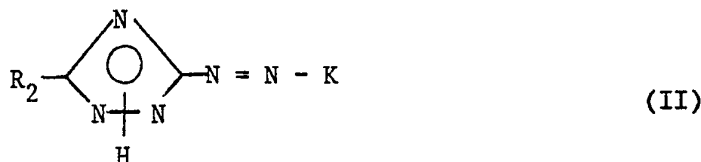
R<sub>5</sub> C<sub>2-4</sub>-Alkyl, das einen Substituenten aus der Reihe C<sub>1-2</sub>-Alkoxy, C<sub>1-2</sub>-Alkylcarbonyloxy, C<sub>1-2</sub>-Alkoxy-carbonyl, Cyan oder Phenoxy-carbonyl tragen kann, Allyl oder Chlorallyl, insbesondere Äthyl, Cyanäthyl, Acetoxyäthyl, Allyl oder Chlorallyl, und R<sub>6</sub> C<sub>2-4</sub>-Alkyl, das einen Substituenten aus der Reihe C<sub>1-2</sub>-Alkoxy, C<sub>1-2</sub>-Alkylcarbonyloxy, C<sub>1-2</sub>-Alkoxy-carbonyl oder Cyan tragen kann, Allyl oder Chlorallyl, insbesondere Äthyl, Cyanäthyl, Acetoxyäthyl oder Chlorallyl.

Bevorzugte Substituenten R<sub>1</sub> sind C<sub>1-4</sub>-Alkyl, das gegebenenfalls einen Substituenten aus der Reihe Cyan, Hydroxyl, C<sub>1-4</sub>-Alkoxy-carbonyl, C<sub>1-2</sub>-Alkylcarbonyl, C<sub>1-2</sub>-Alkylcarbonyloxy, C<sub>1-4</sub>-Alkoxy-carbonyl-

oxy, Aminocarbonyl, C<sub>1-3</sub>-Alkoxy, Halogen, Formyl und Formyloxy tragen kann, Phenyl, das gegebenenfalls Halogen, C<sub>1-2</sub>-Alkoxy, Nitro oder C<sub>1-4</sub>-Alkoxy-carbonyl als Substituenten tragen kann, oder gegebenenfalls Halogen oder Phenyl tragendes C<sub>3-5</sub>-Alkenyl oder Alkynyl. Halogen ist, vorzugsweise, wieder Chlor oder Brom, insbesondere Chlor. Insbesondere bedeutet R<sub>1</sub> C<sub>1-4</sub>-Alkyl, Cyan-C<sub>1-2</sub>-alkyl, C<sub>1-2</sub>-Alkoxy-carbonylmethyl, Allyl, Chlorallyl, Dinitrophenyl, Benzyl oder Dichlorbenzyl, vor allem Benzyl oder 2,4-Dichlorbenzyl.

R<sub>2</sub> ist insbesondere Trifluormethyl.

Die neuen Verbindungen der Formel I werden durch Alkylieren oder Arylieren einer Azoverbindung der Formel II



mit einem die Gruppe -R<sub>1</sub> enthaltenden oder aufbauenden Alkylierungs-, bzw. Arylierungsmittel, hergestellt.

Die Verbindungen der Formel II werden durch Diazotieren eines Amins der Formel III



und Kuppeln mit einer Verbindung der Formel

H - K

hergestellt. Die Amine der Formel III sind bekannt, bzw. lassen sich leicht in Analogie zu den Methoden zur Herstellung ähnlicher Verbindungen synthetisieren.

Das Alkylieren, bzw. Arylieren der Verbindungen der Formel II erfolgt ebenfalls analog zu bekannten Methoden. Die üblichen Alkylierungs-, bzw. Arylierungsmittel sind z.B. Alkylhalogenide, Alkylsulfate, Epoxide,  $\alpha$ ,  $\beta$ -ungesättigte Verbindungen oder (Di-)Nitrochlorbenzole.

Die Verarbeitung der neuen Verbindungen der Formel I zu Färbepreparaten erfolgt auf allgemein bekannte Weise, z.B. durch Zerstäuben getrockneten Präparaten kann man, nach Zugabe von mehr oder weniger Wasser, in sogenannter langer oder kurzer Flotte färben, klotzen oder bedrucken.

Die Farbstoffe ziehen aus wässriger Suspension ausgezeichnet auf Textilmaterial aus vollsynthetischen oder halbsynthetischen, hydrophoben, hochmolekularen organischen Stoffen auf. Besonders geeignet sind sie zum Färben oder Bedrucken von Textilmaterial aus linearen, aromatischen Polyestern, sowie aus Cellulose-2 ½-acetat, Cellulose-triacetat und synthetischen Polyamiden.

Man färbt oder bedruckt nach an sich bekannten, z.B. den in der französischen Patentschrift Nr. 1 445 371 beschriebenen Verfahren.

Die erhaltenen Färbungen besitzen gute Allgemeinheit; hervorzuheben sind die Lichteinheit, die Thermofixier-, Sublimier- und Plissierbarkeit.

In den folgenden Beispielen bedeuten die Teile Gewichtsteile und die Prozente Gewichtsprozente; die Temperaturen sind in Celsiusgraden angegeben.

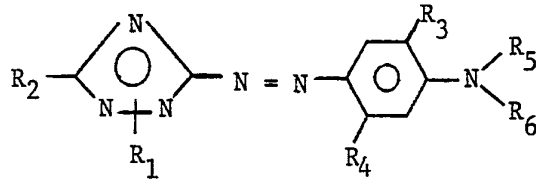
#### Beispiel 1

15,5 Teile 3-Trifluormethyl-5-amino-1,2,4-triazol werden in 45 Teilen ortho-Phosphorsäure gelöst, bei -5° mit 35 Teilen 40prozentiger Nitrosylschwefelsäure diazotiert und 2 Stunden gerührt. Unter Kühlung auf 0° gibt man die so erhaltene Diazoniumsalzlösung zu einer ebenso gekühlten Lösung von 3-Acetyl-amino-N,N-diäthylaminobenzol in 200 Teilen verdünnter Salzsäure, fällt die sich bildende Azoverbindung durch partielle Neutralisation mit 30prozentiger Natronlauge und Eiszugabe, filtriert sie ab und wäscht sie säurefrei.

23 Teile der erhaltenen Verbindung (getrocknet) werden in 100 Teilen Aceton suspendiert, mit 5 Teilen Kaliumcarbonat und 6,5 Teilen Benzylchlorid versetzt und 3 Stunden unter Rückfluss gekocht. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird der gebildete Farbstoff durch Eiszugabe ausgefällt, filtriert, salzfrei gewaschen und getrocknet.

In der folgenden Tabelle I sind der gemäss dem obigen Beispiel 1 hergestellte und weitere, analog herstellbare Farbstoffe der Formel

5



10

angegeben. Die Nuance der Ausfärbungen mit diesen Farbstoffen auf Polyesterfasermaterial und im Thermo-Transferdruck ist gelb bis leicht rotstichig gelb.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Bsp. No.	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	λ <sub>max.</sub> nm
1	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	498
2	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CF <sub>3</sub>	-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-NHCOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	-CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	527
3	-n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	-CF <sub>3</sub>	-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-NHCOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	-CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	518
4	-CH <sub>2</sub> CH=CHCl	-CF <sub>3</sub>	-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-NHCOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	-CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	525
5	-CH <sub>2</sub> CN	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	504
6	-CH <sub>2</sub> CO <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>	500
7	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>	498
8	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	502
9	2,4-Dichlorbenzyl	-Cl	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	499
10	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CHCl <sub>2</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	490
11	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>2</sub> Cl	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	485
12	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CHO	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	500
13	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CHO	H	-CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	491
14	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CN	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	512
15	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CN	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	505
16	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CHO	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>	496
17	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CHO	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	488
18	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CHO	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	502
19	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CHO	H	-NHCOCH=CH <sub>2</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	505
20	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CN	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	510
21	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CONH <sub>2</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH=CHCl	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>	493
22	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-COOH	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	498
23	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CH=CH-COOH	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-
24	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CH=CH-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-
25	2,4-Dinitrophenyl	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	510
26	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -CN	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	503

Tabelle 1

5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50  
55  
60  
65

Tabelle I (Fortsetzung)

Bsp. No.	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	λ <sub>max.</sub> nm
27	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CF <sub>3</sub>	H	-CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	490
28	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CF <sub>3</sub>	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	485
29	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	484
30	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	490
31	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CF <sub>3</sub>	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	467
32	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CF <sub>3</sub>	H	-CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	476
33	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CF <sub>3</sub>	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	478
34	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CF <sub>3</sub>	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	477
35	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	-CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	494
36	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	488
37	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	486
38	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	494
39	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	469
40	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	-CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	478
41	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	482
42	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	481
43	-CH <sub>2</sub> CH=CHCl	-CF <sub>3</sub>	H	-CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	474
44	-CH <sub>2</sub> CH=CHCl	-CF <sub>3</sub>	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	466
45	-CH <sub>2</sub> CH=CHCl	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	483
46	-CH <sub>2</sub> CH=CHCl	-CF <sub>3</sub>	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	478
47	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> COCH <sub>3</sub>	494
48	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CN	-CF <sub>3</sub>	H	-CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	477
49	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CN	-CF <sub>3</sub>	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	468
50	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CN	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCOCH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	486
51	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CN	-CF <sub>3</sub>	H	H	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CO <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	485

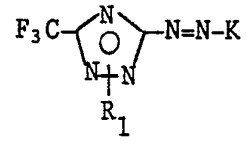
5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50  
55  
60  
65

Tabelle I (Fortsetzung)

Bsp. No.	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	λ <sub>max.</sub> nm
52	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CN	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>	496
53	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CF <sub>3</sub>	H	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH=CHCl	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	476
54	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CF <sub>3</sub>	H	H	-CH <sub>2</sub> -CH=CHCl	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	467
55	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH=CHCl	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	484
56	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH=CHCl	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	487
57	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH=CHCl	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	478
58	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> CN	479
59	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH=CHCl	-CH <sub>2</sub> CH=CHCl	482
60	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH=CHCl	-CH <sub>2</sub> CH=CHCl	490
61	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	H	-CH <sub>2</sub> -CH=CHCl	-CH <sub>2</sub> CH=CHCl	474
62	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH=CHCl	-CH <sub>2</sub> CH=CHCl	488
63	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH=CHCl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	495
64	2,4-Dichlorbenzyl	-CF <sub>3</sub>	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> -CH=CHCl	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OOCOCH <sub>3</sub>	491

In der folgenden Tabelle II sind weitere Farbstoffe angegeben, die nach dem Verfahren des Beispiels 1 hergestellt werden können und der Formel

5



10

entsprechen. Auch diese Farbstoffe färben Polyesterfasermaterial und Thermo-Transferprints in gelben bis leicht rotstichig gelben Tönen.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabelle II

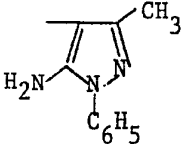
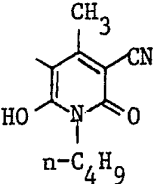
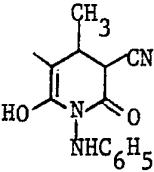
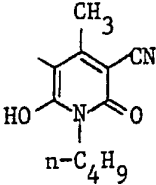
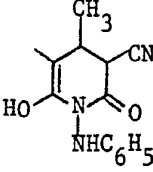
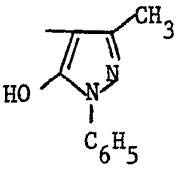
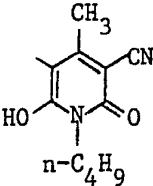
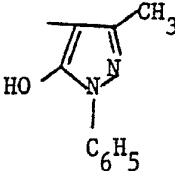
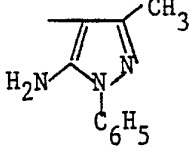
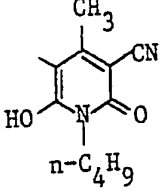
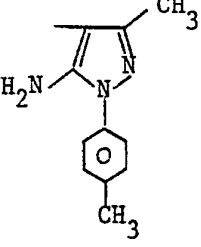
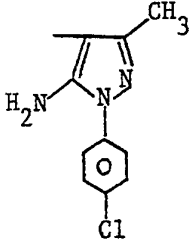
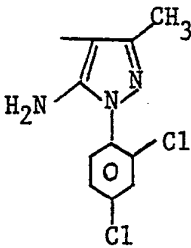
5	Bsp.Nr.	R <sub>1</sub>	Kupplungskomponente K	λ <sub>max.</sub>
10	65	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>		413
15	66	2,4-Dichlorbenzyl	do.	415
20	67	do.		440
25	68	do.		445
30	69	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>		436
35	70	do.		491
40	71	do.		431
45	72	2,4-Dichlorbenzyl	do.	434
50	73	-CH <sub>2</sub> CH=CHCl		434
55	74	do.		428
60				
65				

Tabelle II (Fortsetzung)

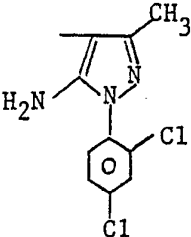
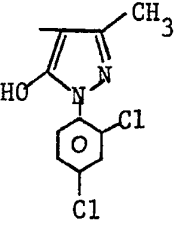
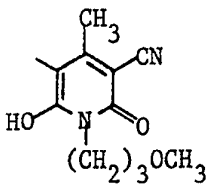
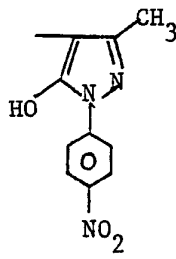
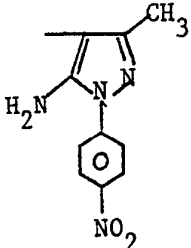
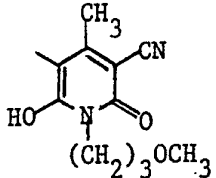
5

Bsp.Nr.	R <sub>1</sub>	Kupplungskomponente K	λ <sub>max.</sub>
15	75	-CH <sub>2</sub> CH=CHCl	 411
20	76	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CN	do. 412
25	77	-CH <sub>2</sub> CN	 442
30	78	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CN	do. 439
35	79	2,4-Dichlor- benzyl	 418
45	80	do.	 410
55	81	do.	 410

65

Tabelle II (Fortsetzung)

5

Bsp.Nr.	R <sub>1</sub>	Kupplungskomponente K	λ <sub>max.</sub>
82	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>		406
83	do.		430
84	2,4-Dichlor- benzyl		438
85	do.		425
86	do.		405
87	-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	do.	403
88	do.		435

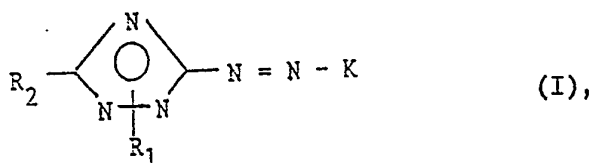
65

ANWENDUNGSBEISPIEL

7 Teile des gemäss Beispiel 1 erhaltenen Farbstoffs werden mit 13 Teilen lignisulfonsaurem Natrium, 25 Teilen Wasser und 100 Teilen Siliciumdioxidperlen gemahlen, bis der Durchmesser der Farbstoffteilchen im Mittel unter  $1 \mu\text{m}$  liegt. Die Suspension wird von den Siliciumdioxidperlen abfiltriert, unter milden Bedingungen getrocknet und zerstäubt. 1 Teil des so erhaltenen Farbstoffpräparates wird mit 4000 Teilen  $60^\circ$  warmem, auf pH 5 abgepuffertem Wasser verrührt. Mit dieser Färbeflotte werden 100 Teile Polyesterfaserergewebe, unter Zugabe von 20 Teilen ortho-Phenylphenol, 1 Stunde bei  $98^\circ$  gefärbt. Nach dem Abkühlen, Spülen, Seifen, nochmaligem Spülen und Trocknen erhält man eine egale rotstichig gelbe Färbung mit sehr guten Allgemeinechtheiten.

**Patentansprüche**

1. Die Azoverbindungen der Formel I



worin

$R_1$  gegebenenfalls substituiertes Alkyl, Phenyl,  $C_{3-5}$ -Alkenyl oder  $C_{3-5}$ -Alkynyl,

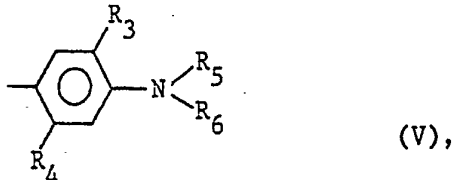
$R_2$  einen negativen Substituenten

und

K den Rest einer von wasserlöslich machenden Gruppen freien Kupplungskomponente bedeuten, wobei die Alkylgruppen 1 bis 4 Kohlenstoffatome enthalten.

2. Die Azoverbindungen der Formel I, gemäss Anspruch 1, worin  $R_2$  Trifluor-, Mono-, Di- oder Trichlor- oder -brom-methyl, Formyl, Aminocarbonyl, Cyan, Alkylcarbonyl, Alkoxycarbonyl oder Carboxyl; oder Phenyl, Alkoxycarbonyl oder Carboxyl tragendes  $C_{3-5}$ -Alkenyl oder Alkynyl bedeutet und die Alkyl- und Alkoxygruppen 1 bis 4 Kohlenstoffatome enthalten.

3. Die Azoverbindungen der Formel I, gemäss Anspruch 1, worin K ein Rest der Formel V ist



worin

$R_3$  Wasserstoff,  $C_{1-2}$ -Alkyl, Alkoxy oder Halogen,

$R_4$  Wasserstoff, Alkyl,  $C_{1-4}$ -Acyl, Benzoylamino, Alkylcarbonylamino, Alkoxycarbonylamino,  $C_{1-3}$ -Alkylsulfonylamino,  $C_{2-4}$ -Alkenyl-carbonylamino, wobei die genannten Alkyl- und Alkoxyreste ein Halogen, Hydroxyl, Alkoxy, Phenyl oder Phenoxy tragen können.

$R_5$   $C_{1-8}$ -Alkyl oder einen in der Chemie der Dispersionsfarbstoffe üblichen Substituenten tragendes  $C_{1-8}$ -Alkyl, das als zweiten Substituenten eine Hydroxylgruppe tragen kann,  $C_{3-8}$ -Alkenyl oder  $C_{3-8}$ -Alkynyl, das gegebenenfalls durch Halogen oder Phenyl substituiert sein kann, Cyclohexyl, das bis zu drei Methylgruppen tragen kann, oder Phenyl, das durch Halogen, Methyl oder  $C_{1-2}$ -Alkoxy substituiert sein kann,

$R_6$  Wasserstoff oder eine der Bedeutungen von  $R_5$ , mit Ausnahme von gegebenenfalls substituiertem Phenyl oder Cyclohexyl, oder  $R_5$  und  $R_6$  gemeinsam mit dem an sie gebundenen Stickstoffatom, ein heterocyclisches Ringsystem bedeuten,

wobei alle Alkyl- und Alkoxygruppen, falls nicht anders angegeben, 1 bis 4, vorzugsweise 1 oder 2 Kohlenstoffatome enthalten und unter Halogen, neben Fluor und Jod, vorzugsweise Chlor oder Brom zu verstehen ist.

4. Die Azoverbindungen der Formel I, gemäss Anspruch 1 oder 2, worin  $R_1$   $C_{1-4}$ -Alkyl, das gegebenenfalls einen Substituenten aus der Reihe Cyan, Hydroxyl,  $C_{1-4}$ -Alkoxycarbonyl,  $C_{1-2}$ -Alkylcarbonyl,  $C_{1-2}$ -Alkylcarbonyloxy,  $C_{1-4}$ -Alkoxycarbonyloxy, Aminocarbonyl,  $C_{1-3}$ -Alkoxy, Halogen, Formyl und Formylloxy tragen kann; Phenyl, das gegebenenfalls Halogen,  $C_{1-2}$ -Alkoxy, Nitro oder  $C_{1-4}$ -Alkoxycarbonyl als Substituenten tragen kann, oder gegebenenfalls Halogen oder Phenyl tragendes  $C_{3-5}$ -Alkenyl oder Alkynyl, insbesondere  $C_{1-4}$ -Alkyl, Cyan- $C_{1-2}$ -alkyl,  $C_{1-2}$ -Alkoxycarbonylmethyl, Allyl, Chlorallyl, Dinitrophenyl, Benzyl oder Dichlorbenzyl, vor allem Benzyl oder 2,4-Dichlorbenzyl bedeutet.

5. Die Azoverbindungen der Formel I, gemäss Anspruch 1, 2 oder 3, worin, unabhängig voneinander,  
 $R_2$  Trifluormethyl,

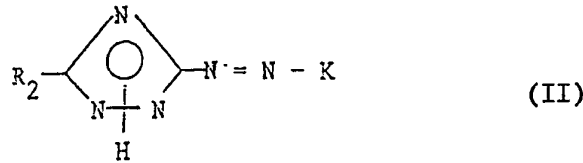
$R_3$  Wasserstoff oder  $C_{1-2}$ -Alkyl, insbesondere Wasserstoff,

$R_4$  Wasserstoff, Methyl,  $C_{1-2}$ -Alkylcarbonylamino, Acryloylamino, Benzoylamino oder  $C_{1-2}$ -Alkylsulfonylamino,

$R_5$   $C_{2-4}$ -Alkyl, das einen Substituenten aus der Reihe  $C_{1-2}$ -Alkoxy,  $C_{1-2}$ -Alkylcarbonyloxy,  $C_{1-2}$ -Alkoxy-carbonyl, Cyan oder Phenoxy-carbonyl tragen kann, Allyl oder Chlorallyl, insbesondere Äthyl, Cyanäthyl, Acetoxyäthyl, Allyl oder Chlorallyl

und  $R_6$   $C_{2-4}$ -Alkyl, das einen Substituenten aus der Reihe  $C_{1-2}$ -Alkoxy,  $C_{1-2}$ -Alkylcarbonyloxy,  $C_{1-2}$ -Alkoxy-carbonyl oder Cyan tragen kann, Allyl oder Chlorallyl, insbesondere Äthyl, Cyanäthyl, Acetoxyäthyl oder Chlorallyl bedeuten.

6. Verfahren zur Herstellung der Azoverbindungen der Formel I, gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man eine Azoverbindung der Formel II



mit einem Alkylierungs- oder Arylierungsmittel, das die Gruppe  $-R_1$  enthält umsetzt.

7. Verwendung der Azoverbindungen der Formel I gemäss Anspruch 1 für den nicht textilen Transferdruck.

25

30

35

40

45

50

55

60

65