

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2006-510772

(P2006-510772A)

(43) 公表日 平成18年3月30日(2006.3.30)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09B 29/42 (2006.01)	C O 9 B 29/42 C S P A	4 C O 6 3
C07D 401/12 (2006.01)	C O 7 D 401/12	4 H O 5 7
D06P 1/18 (2006.01)	D O 6 P 1/18	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 17 頁)

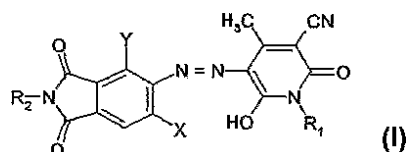
(21) 出願番号	特願2004-561487 (P2004-561487)	(71) 出願人	396023948
(86) (22) 出願日	平成15年12月8日 (2003.12.8)		チバ スペシャルティ ケミカルズ ホールディング インコーポレーテッド
(85) 翻訳文提出日	平成17年8月19日 (2005.8.19)		Ciba Specialty Chemicals Holding Inc.
(86) 国際出願番号	PCT/EP2003/050956		スイス国, 4057 バーゼル, クリベツクシュトラーセ 141
(87) 国際公開番号	W02004/056926	(74) 代理人	100078662
(87) 国際公開日	平成16年7月8日 (2004.7.8)		弁理士 津国 肇
(31) 優先権主張番号	02406118.6	(74) 代理人	100075225
(32) 優先日	平成14年12月19日 (2002.12.19)		弁理士 篠田 文雄
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)	(74) 代理人	100113653
			弁理士 東田 幸四郎

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 フタルイミジルアゾ染料、その製造方法、およびその使用

(57) 【要約】

本発明は、式 (I) (式中、 R_1 は、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキルまたは $-C_n H_{2n} - (OCH_2CH_2)_m - OR_3$ であり、 n は、2 ~ 8 の数であり、 m は、0 ~ 4 の数であり、 R_3 は、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキル、 $C_6 \sim C_{24}$ アリール、または $C_6 \sim C_{24}$ アラルキルであり、 R_2 は、メチル、エチル、 n -プロピル、 n -ブチル、2-メトキシエチル、または2-エトキシエチルであり、 X は、ハロゲンであり、 Y は、水素、塩素、または臭素である) で示される染料、ならびに、その製造方法、ならびに、半合成疎水性繊維材料およびとりわけ合成疎水性繊維材料、とりわけ特に繊維材料を染色または捺染する上でのその使用に関する。

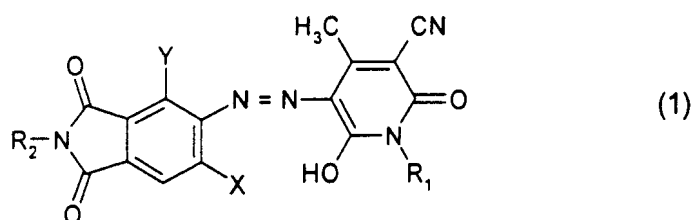


【特許請求の範囲】

【請求項 1】

式 (1) :

【化 1】



10

(式中、

R_1 は、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキルまたは $-C_n H_{2n} - (OCH_2CH_2)_m - OR_3$ であり、
 n は、2 ~ 8 の数であり、 m は、0 ~ 4 の数であり、 R_3 は、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキル、
 $C_6 \sim C_{24}$ アリール、または $C_6 \sim C_{24}$ アラルキルであり、

R_2 は、メチル、エチル、 n -プロピル、 n -ブチル、2-メトキシエチル、または 2-
 エトキシエチルであり、

X は、ハロゲンであり、

Y は、水素、塩素、または臭素である)

20

で示される染料。

【請求項 2】

R_1 は、メチル、エチル、または n -ブチルである、請求項 1 に記載の式 (1) の染料

。

【請求項 3】

R_2 は、 n -ブチルである、請求項 1 または 2 に記載の式 (1) の染料。

【請求項 4】

X は、臭素である、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の式 (1) の染料。

【請求項 5】

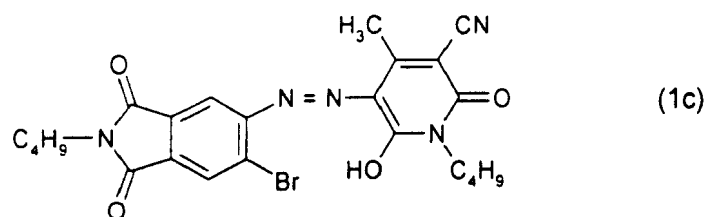
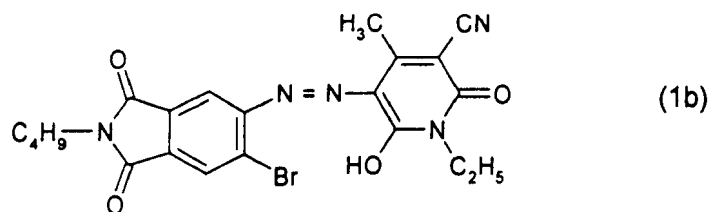
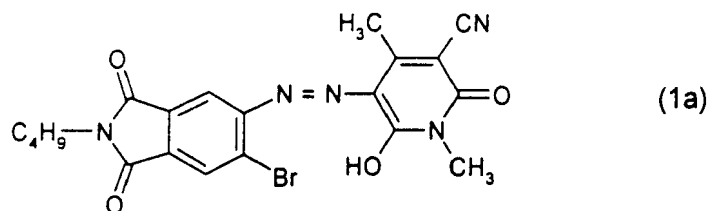
Y は、水素である、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の式 (1) の染料。

30

【請求項 6】

式 (1 a)、(1 b)、または (1 c) :

【化 2】



10

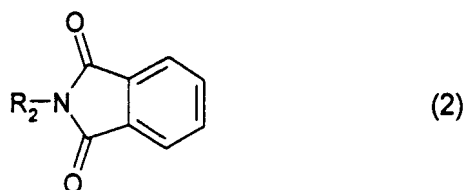
20

で示される染料。

【請求項 7】

式 (2) :

【化 3】

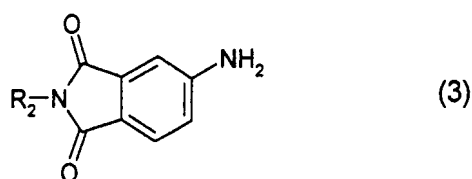


30

(式中、 R_2 は、請求項 1 に定義した通りである)

で示されるフタリイミドの酸性領域でのニトロ化、続けて得られたニトロ化合物のアルキル化、そして、還元的処理により、式 (3) :

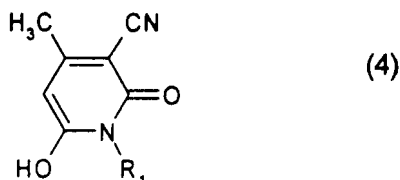
【化 4】



40

で示される中間体への変換、酸性媒体中での式 (3) の中間体のハロゲン化、その後、ジアゾ化および式 (4) :

【化 5】



(式中、 R_1 は、請求項 1 に定義した通りである)

で示されるピリドン化合物とのカップリングを含む、請求項 1 に記載の式 (1) の染料の製造方法。 10

【請求項 8】

請求項 1 に記載の式 (1) の少なくとも 2 種の構造的に異なる染料を含む染料混合物。

【請求項 9】

半合成または合成疎水性繊維材料を染色または捺染する方法であって、請求項 1 に記載の式 (1) の染料または請求項 8 に記載の染料混合物を、前記材料に適用するか、それに練込む方法。

【請求項 10】

半合成疎水性繊維材料、およびとりわけ合成疎水性繊維材料、とりわけ特に織物材料を、染色または捺染するための、請求項 1 に記載の式 (1) の染料の使用。 20

【請求項 11】

請求項 9 に記載の方法により染色または捺染した、半合成疎水性繊維材料またはとりわけ合成疎水性繊維材料、とりわけ特に織物材料。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、N - アルキル - フタルイミドジアゾ成分およびピリドンカップリング成分を有する分散染料、このような染料の製造方法、および、半合成およびとりわけ合成疎水性繊維材料、とりわけ特に織物材料を染色または捺染するためのその使用に関する。

【0002】

N - アルキル - フタルイミドジアゾ成分およびピリドンカップリング成分を有する分散アゾ染料は、昔から知られており、疎水性繊維材料の染色に使用されている。しかし、現在知られている染料を使用して得られた染色物または捺染物は、今日の必要条件を、全ての場合において、特に洗濯堅牢度および耐汗性に関して満たしているわけではないことが判明した。それ故、良好な洗濯堅牢特性を特に有する新規な染料が必要とされる。 30

【0003】

今回、驚くべきことに、本発明に記載の染料が、かなりの程度で前記した基準に合致することが判明した。

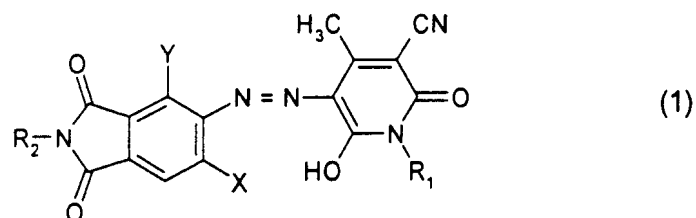
【0004】

本発明は、従って、高度の洗濯堅牢度および耐汗性を有する染色物をもたらし、さらに、吸尽染色およびサーモゾール法ならびに織物捺染の両方において良好なビルトアップ特性を有する、分散染料に関する。 40

【0005】

本発明に記載の染料は、式 (1) :

【化 6】



10

(式中、

R_1 は、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキルまたは $-C_n H_{2n} - (OCH_2CH_2)_m - OR_3$ であり、 n は、2 ~ 8 の数であり、 m は、0 ~ 4 の数であり、 R_3 は、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキル、 $C_6 \sim C_{24}$ アリール、または $C_6 \sim C_{24}$ アラルキルであり、 R_2 は、メチル、エチル、 n -プロピル、 n -ブチル、2-メトキシエチル、または2-エトキシエチルであり、 X は、ハロゲンであり、 Y は、水素、塩素、または臭素である) に対応する。

20

【0006】

R_1 および R_3 としての $C_1 \sim C_{12}$ アルキルは、例えば、メチル、エチル、 n -プロピル、イソプロピル、 n -ブチル、イソブチル、 s -ブチル、 t -ブチル、 n -ペンチル、ネオペンチル、 n -ヘキシル、 n -オクチル、 n -デシル、または n -ドデシルであり得る。

【0007】

R_3 としての $C_6 \sim C_{24}$ アリールは、例えば、フェニル、トリル、メシチル、イシチル、ナフチル、およびアントリルである。

【0008】

適切な $C_6 \sim C_{24}$ アラルキル基は、例えば、ベンジルおよび2-フェニルエチルである。

【0009】

R_1 が、メチル、エチル、または n -ブチルである、式(1)の染料が好ましい。

30

【0010】

R_2 は、好ましくは、 n -ブチルである。

【0011】

X としてのハロゲンは、フッ素、塩素、または好ましくは臭素である。

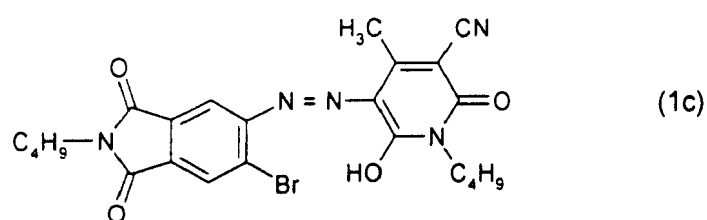
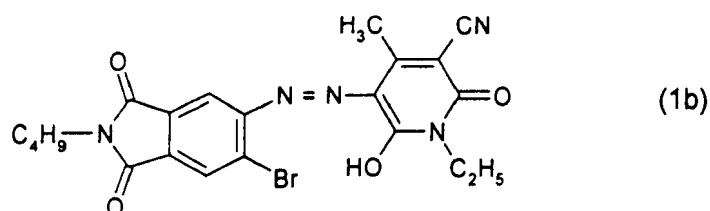
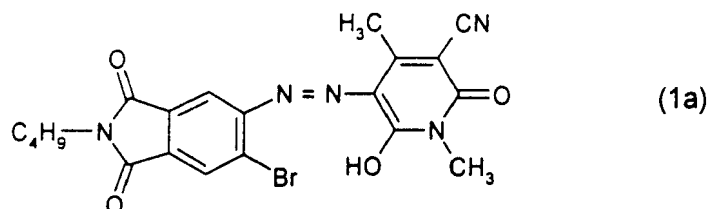
【0012】

Y は、好ましくは、ハロゲンである。

【0013】

特に、式(1a)、(1b)、および(1c)：

【化 7】



10

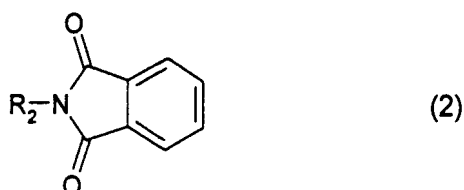
20

で示される染料が特に好ましい。

【0014】

本発明はまた、式(1)の染料の製造方法にも関し、これは、例えば、Organic Synthesis、Collective Volume 2 (Annual Volume X-XIXの改訂版) J.Wiley&Sonsの459頁に記載のように、下記式(2)：

【化 8】



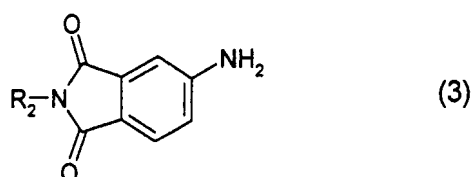
30

(式中、R₂は、前記に定義した通りである)

で示されるフタルイミドの酸性領域でのニトロ化、続けて例えば、Journal of Organic Chemistry 32(1967)1923頁、段落3に記載の方法により、得られたニトロ化合物のアルキル化、そして、例えばBull.Soc.Chim.de France 1957、569頁に記載の還元的処理後、式(3)：

40

【化 9】

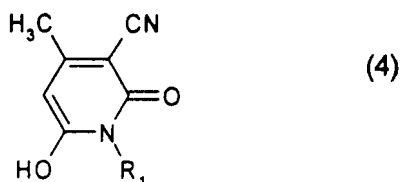


で示される中間体への変換、酸性媒体中での式(3)の中間体のハロゲン化、その後、ジ

50

アゾ化および式 (4) :

【化 10】



10

(式中、 R_1 は、前記に定義した通りである)
で示されるピリドン化合物とのカップリングを含む。

【0015】

ハロゲン化は、例えば、式 (3) の化合物を酢酸中で酢酸ナトリウムと反応させ、その後、同じ媒体中で臭素と反応させ、対応するモノプロモ化合物を形成することにより行う。

【0016】

ジアゾ化は、それ自体既知の方法で、例えば、酸性媒体中、例えば塩酸含有または硫酸含有の水性媒体中で、亜硝酸ナトリウムを用いて同様に行う。しかし、ジアゾ化は、他のジアゾ化剤を使用して、例えばニトロシル硫酸を使用しても行うことができる。ジアゾ化においては、反応媒体中に、その他の酸、例えばリン酸、硫酸、酢酸、プロピオン酸、塩酸、またはこのような酸の混合物、例えばプロピオン酸と酢酸の混合物も存在してもよい。ジアゾ化は、有利には、-10 から 30、例えば -10 から室温の温度で行う。

20

【0017】

ジアゾ化合物の式 (4) のカップリング成分へのカップリングは、同様に、既知の方法で、例えば酸性、水性、または水性有機媒体中で、有利には -10 から 30、特に 10 より低い温度で行う。使用する酸の例は、塩酸、酢酸、プロピオン酸、硫酸、およびリン酸である。

【0018】

ジアゾ成分および式 (4) のカップリング成分は既知であるか、またはそれ自体既知の方法で製造することができる。

30

【0019】

本発明はまた、少なくとも 2 種の構造的に異なる式 (1) で示されるアゾ染料を含む、染料混合物に関する。

【0020】

少なくとも 2 種の構造的に異なる式 (1) で示されるアゾ染料を含む、本発明に記載の染料混合物は、例えば、単純に個々の染料を混合することにより製造できる。

【0021】

本発明に記載の染料混合物中の個々の染料の量は、広い範囲内で変化させることができ、本発明に記載の 2 種のアゾ染料を含む染料混合物中で個々の染料が、95 : 5 ~ 5 : 95 重量部、特に 70 : 30 ~ 30 : 70 重量部、とりわけ特に 55 : 45 ~ 45 : 55 重量部である。

40

【0022】

本発明に記載の染料および染料混合物は、半合成および特に合成疎水性繊維材料、より特定すると織物材料を染色または捺染するのに使用することができる。このような半合成または合成疎水性繊維材料を含むブレンド布地からなる織物材料もまた、本発明に記載の染料または染料混合物を使用して染色または捺印することができる。

【0023】

考慮する半合成繊維材料は、特に、二 1/2 酢酸セルロースおよび三酢酸セルロースである。

【0024】

50

合成疎水性繊維材料は、特に、線形の芳香族ポリエステル、例えばテレフタル酸およびグリコール、特にエチレングリコールのポリエステル、または、テレフタル酸と1,4-ビス(ヒドロキシメチル)シクロヘキサンの縮合生成物；ポリカーボネート、例えば、-ジメチル-4,4'-ジヒドロキシ-ジフェニルメタンおよびホスゲンのポリカーボネート、および、ポリビニルクロリドまたはポリアミドに基づいた繊維からなる。

【0025】

本発明に記載の染料および染料混合物の繊維材料への適用は、既知の染色法に従って行う。例えば、ポリエステル繊維材料は、慣用的なアニオン性または非イオン性分散剤および場合により慣用的な膨潤剤（担体）の存在下で、80～140の温度で、水性分散からの吸尽染色法で染色する。二1/2酢酸セルロースは、好ましくは65～85で染色し、三酢酸セルロースは、65～115の温度で染色する。

10

【0026】

本発明に記載の染料および染料混合物は、染浴に同時に存在するウールおよび綿を着色しないか、または、このような材料をほんの僅かにしか着色せず（非常に良好に控えめである）、よって、ポリエステル/ウールおよびポリエステル/セルロース繊維ブレンド布地の染色に満足して使用することができる。

【0027】

本発明に記載の染料および染料混合物は、サーモゾル法により染色するのに、吸尽染色法に、および捺染法に適している。

【0028】

このような方法では、前記の繊維材料は、多種多様の加工形態で、例えば繊維、毛糸、または不織布の、織布、または編布の形態であり得る。

20

【0029】

使用前に、本発明に記載の染料または染料混合物を染料調合物へと変換することが有利である。このために、染料を粉砕して、その粒子サイズが平均して0.1から10ミクロンとなるようにする。粉砕は、分散剤の存在下で行うことができる。例えば、乾燥した染料は、分散剤と一緒に粉砕するか、分散剤と一緒にペースト形態となるまで練って、その後、真空でまたは噴霧化により乾燥する。水を添加した後、得られた調合物を使用して、捺染ペーストまたは染浴を製造できる。

【0030】

捺染のために、慣用的な増粘剤を、例えば、改質または非改質天然物、例えばアルギネート、プリティッシュガム、アラビアガム、結晶ガム、イナゴマメ粉、トラガカント、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、デンプン、または合成製品、例えばポリアクリルアミド、ポリアクリル酸もしくはそのコポリマー、またはポリビニルアルコールを使用する。

30

【0031】

本発明に記載の染料および染料混合物は、前記材料に、特にポリエステル材料に、非常に良好な使用中の堅牢特性（例えば、特に、良好な光堅牢度、ヒートセットに対する堅牢度、ブリーツに対する堅牢度、塩素に対する堅牢度、および湿度に対する堅牢度、例えば水、発汗、および洗濯に対する堅牢度）を有する均一な色合いを付与し；完成した染色物は、摩擦に対する非常に良好な堅牢度によりさらに特徴づけられる。汗、特に洗濯に関する得られた染色物の良好な堅牢特性が特に重視されるべきである。

40

【0032】

本発明に記載の染料および染料混合物はまた、他の染料と一緒に混合された色相を作製する上で満足に使用できる。

【0033】

さらに、本発明に記載の染料および染料混合物はまた、超臨界CO₂法から疎水性繊維材料を染色するのににもよく適している。

【0034】

本発明は、本発明に記載の染料および染料混合物の前記使用、ならびに半合成または合

50

成疎水性繊維材料、特に織物材料を染色または捺染する方法に関し、この方法において、本発明に記載の染料は、前記材料に適用されるか、またはそれらに練込まれる。前記疎水性繊維材料は、好ましくは、織物ポリエステル材料である。本発明に記載の方法により処理できるさらに他の基質および好ましいプロセス条件は、本発明に記載の染料の使用のより細の説明において、本明細書の見出すことができる。

【0035】

本発明はまた、前記方法により染色または捺染した、疎水性繊維材料、好ましくはポリエステル織物材料に関する。本発明に記載の染料は、さらに、現代的な再生方法、例えばサーモトランスファー捺染に適している。

【0036】

以下の実施例は、本発明を詳細に説明するものである。特記しない限り、部は重量部であり、比率は重量比率である。温度は摂氏温度で示す。重量部と容量部の関係は、グラムと立方センチメートルの関係と同じである。

【0037】

I. 調製実施例

実施例 I. 1 :

A. ジアゾ化

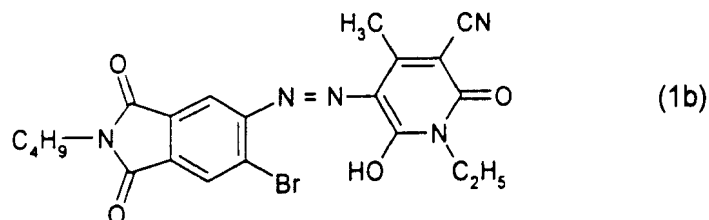
5 ml の 96 % 硫酸を、実験反応装置に移した。攪拌しながら、2.7 ml の氷水をゆっくりと滴下して加えて、内部温度を 25 ~ 30 とした。その後、20 分間かけて、3.0 g の 4 - アミノ - 5 - ブロモ - N - ブチルフルイミドを導入した。得られた懸濁液を 10 分間 25 ~ 30 の内部温度で攪拌した。その後、15 分間かけて、1.75 ml の 40 % ニトロシル硫酸を 20 ~ 25 の内部温度で滴下して加え、その温度で 2 時間攪拌した。

【0038】

B. カップリング

3 滴のスルフィノール 104 E (2, 4, 7, 9 - テトラメチル - 5 - デシン - 4, 7 - ジオール) の 150 ml 水溶液を、pH メーターを備えた実験反応装置に移した。攪拌しながら、1.8 g の 1 - エチル - 3 - シアノ - 4 - メチル - 6 - ヒドロキシ - 2 - ピリドンを導入した。その後、3 ml の 10 % NaOH を加えた (pH = 10 ~ 12)。得られた溶液を 10 まで冷却し、ジアゾニウム塩の溶液を、約 30 分間かけて滴下して加え、よって内部温度を 10 ~ 15 とし、pH は、70 ml の 10 % NaOH の滴下による添加により 2 ~ 3 に維持した。得られた黄色の懸濁液は、10 ~ 15 で 1 時間攪拌した。固体を吸引ろ別し、脱イオン水で洗浄し、乾燥した。4.7 g (理論的には 86 %) の下記式 (1b) :

【化 1 1】



で示される化合物が得られた。融点 : > 150 。外観 : 黄緑

【0039】

実施例 I. 1 と同様に、以下の染料を製造し、これは同様に半合成または合成疎水性繊維材料を染色するのに適していた :

【0040】

10

20

30

40

【表 1】

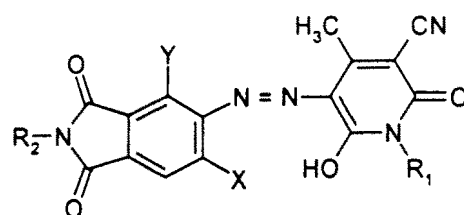








表 1 :

X	Y	R ₁	R ₂
Br	H	CH ₃	CH ₃
Br	H	CH ₃	C ₂ H ₅
Br	H	CH ₃	n-C ₃ H ₇
Br	H	CH ₃	n-C ₄ H ₉
Br	H	CH ₃	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃
Br	H	CH ₃	-CH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅
Br	H	C ₂ H ₅	CH ₃
Br	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
Br	H	C ₂ H ₅	n-C ₃ H ₇
Br	H	C ₂ H ₅	n-C ₄ H ₉
Br	H	C ₂ H ₅	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃
Br	H	C ₂ H ₅	-CH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅
Br	H	n-C ₃ H ₇	CH ₃
Br	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅
Br	H	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇
Br	H	n-C ₃ H ₇	n-C ₄ H ₉
Br	H	n-C ₃ H ₇	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃
Br	H	n-C ₃ H ₇	-CH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅
Br	H	n-C ₄ H ₉	CH ₃
Br	H	n-C ₄ H ₉	C ₂ H ₅
Br	H	n-C ₄ H ₉	n-C ₃ H ₇
Br	H	n-C ₄ H ₉	n-C ₄ H ₉
Br	H	n-C ₄ H ₉	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃
Br	H	n-C ₄ H ₉	-CH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅
Br	H	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃	CH ₃


X	Y	R ₁	R ₂
Br	H	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃	C ₂ H ₅
Br	H	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃	n-C ₃ H ₇
Br	H	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃	n-C ₄ H ₉
Br	H	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃
Br	H	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃	-CH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅
Br	H	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	CH ₃
Br	H	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	C ₂ H ₅
Br	H	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	n-C ₃ H ₇
Br	H	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	n-C ₄ H ₉
Br	H	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃
Br	H	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	-CH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅
Br	H	—CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ O- 	CH ₃
Br	H	—CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ O- 	C ₂ H ₅
Br	H	—CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ O- 	n-C ₃ H ₇
Br	H	—CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ O- 	n-C ₄ H ₉
Br	H	—CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ O- 	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃
Br	H	—CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ O- 	-CH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅
Br	Br	CH ₃	CH ₃
Br	Br	CH ₃	C ₂ H ₅
Br	Br	CH ₃	n-C ₃ H ₇
Br	Br	CH ₃	n-C ₄ H ₉
Br	Br	CH ₃	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃
Br	Br	CH ₃	-CH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅
Br	Br	C ₂ H ₅	CH ₃

10

20

30

40






X	Y	R ₁	R ₂
Br	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
Br	Br	C ₂ H ₅	n-C ₃ H ₇
Br	Br	C ₂ H ₅	n-C ₄ H ₉
Br	Br	C ₂ H ₅	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃
Br	Br	C ₂ H ₅	-CH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅
Br	Br	n-C ₃ H ₇	CH ₃
Br	Br	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅
Br	Br	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇
Br	Br	n-C ₃ H ₇	n-C ₄ H ₉
Br	Br	n-C ₃ H ₇	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃
Br	Br	n-C ₃ H ₇	-CH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅
Br	Br	n-C ₄ H ₉	CH ₃
Br	Br	n-C ₄ H ₉	C ₂ H ₅
Br	Br	n-C ₄ H ₉	n-C ₃ H ₇
Br	Br	n-C ₄ H ₉	n-C ₄ H ₉
Br	Br	n-C ₄ H ₉	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃
Br	Br	n-C ₄ H ₉	-CH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅
Br	Br	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃	CH ₃
Br	Br	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃	C ₂ H ₅
Br	Br	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃	n-C ₃ H ₇
Br	Br	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃	n-C ₄ H ₉
Br	Br	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃
Br	Br	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃	-CH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅
Br	Br	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	CH ₃
Br	Br	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	C ₂ H ₅
Br	Br	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	n-C ₃ H ₇
Br	Br	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	n-C ₄ H ₉
Br	Br	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃
Br	Br	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	-CH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅
Br	Br	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ O- 	CH ₃

10

20

30

40

X	Y	R ₁	R ₂
Br	Br	$\text{—CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}$ 	C ₂ H ₅
Br	Br	$\text{—CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}$ 	n-C ₃ H ₇
Br	Br	$\text{—CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}$ 	n-C ₄ H ₉
Br	Br	$\text{—CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}$ 	-CH ₂ CH ₂ OCH ₃
Br	Br	$\text{—CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}$ 	-CH ₂ CH ₂ OC ₂ H ₅

10

20

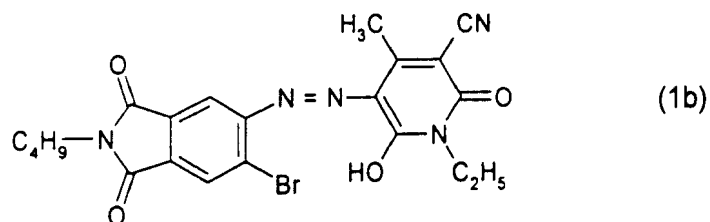
【 0 0 4 1 】

II. 適用実施例

実施例 II. 1 :

1 重量部の式 (1 b) :

【 化 1 2 】



30

で示される染料を、17重量部の水および2重量部の市販されているジナフチルメタンジスルホンタイプの分散液と一緒にサンドミルで粉碎し、5%水性分散液に変換した。その処方を使用して、1%染色（染料および基質に基づいて）を、130 の高温吸尽染色方法により、織ったポリエステル布地に施し、還元的にきれいにした。そのように得られたバイオレット染色は、非常に良好な使用中の堅牢特性、特に優れた洗濯堅牢度を示した。同じ良好な堅牢特性は、織ったポリエステル布地をサーモゾル法（10 g / リットルの染料、液体ピックアップ50%、固定温度210 ）で染色した場合に達成することができた。

40

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 03/50956

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 C09B29/036 C09B29/42 C09B67/22		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 C09B		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, CHEM ABS Data, PAJ, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 197735 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A60, AN 1977-61950Y XP002260144 -& JP 52 085584 A (MITSUBISHI CHEM IND LTD) 15 July 1977 (1977-07-15) abstract; examples 1,2 -----	1,2,4,5, 7,9,10
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 197903 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A60, AN 1979-04691B XP002260145 -& JP 53 138431 A (MITSUBISHI CHEM IND LTD) 2 December 1978 (1978-12-02) abstract; compounds 6-1, 6-2, 6-3, 6-8 ----- -/--	1-3,5,7, 9,10
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. "Z" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 1 June 2004		Date of mailing of the international search report 16/06/2004
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2220 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer: Ginoux, C

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 03/50956

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 197847 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A60, AN 1978-84875A XP002260146 -& JP 53 119930 A (MITSUBISHI CHEM IND LTD) 19 October 1978 (1978-10-19) abstract; example 2; compounds 6-66 -----	1,2,4,5, 7,9,10
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 197903 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A60, AN 1979-04692B XP002260147 -& JP 53 138432 A (MITSUBISHI CHEM IND LTD) 2 December 1978 (1978-12-02) abstract; compounds 6-63 -----	1,2,4,5, 7,9,10
A	GB 1 302 221 A (BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AG.) 4 January 1973 (1973-01-04) claims 1,11-15; example 51 -----	1-10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 03/50956

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 52085584	A	15-07-1977	JP 942851 C JP 53022194 B	15-03-1979 07-07-1978
JP 53138431	A	02-12-1978	NONE	
JP 53119930	A	19-10-1978	JP 1037892 C JP 55030747 B	24-03-1981 13-08-1980
JP 53138432	A	02-12-1978	NONE	
GB 1302221	A	04-01-1973	DE 1917278 A1 BE 748382 A1 BE 748383 A1 CH 508701 A CH 522711 A FR 2038227 A5 FR 2038228 A5 FR 2038229 A5 GB 1282384 A GB 1295893 A JP 48011204 B NL 7004736 A NL 7004737 A SE 366768 B US 3923776 A US 4133806 A	05-11-1970 02-10-1970 02-10-1970 15-06-1971 15-05-1972 08-01-1971 08-01-1971 08-01-1971 19-07-1972 08-11-1972 11-04-1973 06-10-1970 06-10-1970 06-05-1974 02-12-1975 09-01-1979

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

(72)発明者 クレマン, アントワーヌ

スイス国、ツェーハー - 4 0 5 8 バーゼル、ローフェンブルガーシュトラッセ 2 / 5

(72)発明者 アルキント, アルフォンス

スイス国、ツェーハー - 4 0 5 8 バーゼル、イム・ランクホフ 6

(72)発明者 ラウク, ウルス

スイス国、ツェーハー - 8 0 4 7 チューリッヒ、アルフレート・シュトレーベルヴェーク 1 5

Fターム(参考) 4C063 AA01 BB09 CC12 DD07 EE10

4H057 AA01 BA08 BA24 DA01 DA17 GA04 GA07