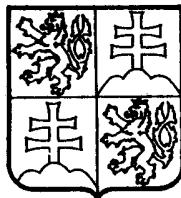


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

ZVEŘEJNĚNÁ PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(12)

(21) 02015-91, v

(13) A3

5(51) C 09 B 43/00,
C 07 C 245/08,
C 07 D 251/12,
D 06 P 1/02

(22) 01.07.91
(32) 02.07.90
(31) 90/2195
(33) CH

(40) 18.03.92

(71) CIBA-GEIGY AG, Basilej, CH

(72) Schaulin Rudolf, Richen, CH
Lauk Urs, Zürich, CH

(54) Azobarviva

(57) Sloučeniny obecného vzorce 1, ve kterém substituenty mají významy uvedené v nároku 1, jsou přímá barviva pro různé substráty, zvláště pro celulózové vláknité materiály. Tyto sloučeniny jsou stálé za vysoké teploty, a proto se zvláště dobře hodí k jednostupňovému vybarvování směsných tkanin z polyesteru a bavlny v jedné lázni pomocí disperzního barviva pro polyesterová vlákna za podmínek pro vybarvování polyesterových vláken.

2045-91

- 1 -

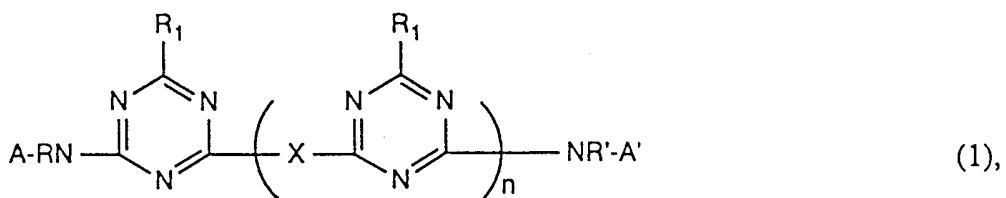
Azobarviva

Oblast techniky

Tento vynález se týká nových azobarviv, způsobu jejich výroby, stejně jako jejich použití k vybarvování a potiskování vláknitých materiálů, zvláště textilních materiálů, které sestávají z vláken.

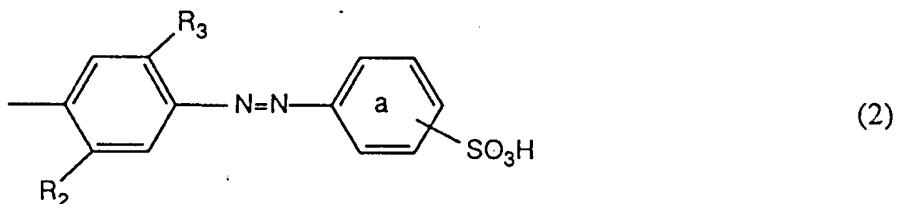
Podstata vynálezu

Předmětem tohoto vynálezu jsou sloučeniny obecného vzorce 1



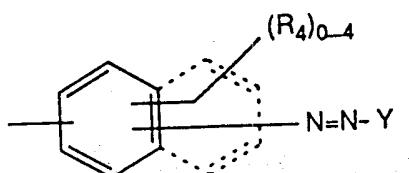
ve kterém

A představuje zbytek obecného vzorce 2



A' má význam zbytku A nebo představuje zbytek obecného vzorce 3

PRČ VYNALEZY A OBJEVY	ÚŘAD POŠTA	07 XI 91	051622
PŘÍL.			č.



(3)

R a R' představují nezávisle na sobě atom vodíku nebo alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhliku, která je popřípadě substituována,

R₁ znamená hydroxyskupinu, alkoxykskupinu s 1 až 4 atomy uhliku, atom chloru, atom bromu, alkylthioskupinu s 1 až 4 atomy uhliku, aminoskupinu, N-monoalkylaminoskupinu nebo N,N-dialkylaminoskupinu vždy s 1 až 4 atomy uhliku v každé alkylové části, která je není substituována nebo je substituována v alkylové části hydroxyskupinou, sulfoskupinou, karboxyskupinou nebo alkoxykskupinou s 1 až 4 atomy uhliku, dále znamená cyklohexylaminoskupinu, fenylaminoskupinu nebo N-alkyl-N-fenylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhliku v alkylové části, které nejsou substituovány nebo jsou substituovány ve fenylové části alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxykskupinou s 1 až 4 atomy uhliku, karboxyskupinou, sulfoskupinou a/nebo atomem halogenu, nebo znamená morfolinoskupinu, 3-karboxy-1-pyridylovou skupinu nebo 3-karbamoyl-1-pyridylovou skupinu,

X představuje můstkový člen,

n představuje číslo nula nebo 1,

R₂ a R₃ znamenají nezávisle na sobě alkylovou skupinu s

1 až 4 atomy uhliku, alkoxykskupinu s 1 až 4 atomy uhliku, sulfoskupinu, atom chloru, hydroxyskupinu, karboxyskupinu nebo alkanoylaminoskupinu se 2 až 4 atomy uhliku, která není substituována nebo je substituována v alkylové části hydroxyskupinou,

fenylový zbytek a)
je popřípadě dále substituován,

$(R_4)_0-4$ představuje 0 až 4 stejné nebo rozdílné zbytky, které jsou zvoleny ze souboru zahrnujícího alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxykskupinu s 1 až 4 atomy uhliku, sulfoskupinu, atom chloru, karboxyskupinu a hydroxyskupinu a

y představuje popřípadě dále substituovaný fenylový zbytek nebo zbytek 1-fenyl-5-pyrazolonu nebo 6-hydroxy-2-pyridonu.

Substituenty R a R', které jsou stejné nebo navzájem odlišné, znamenají atom vodíku nebo alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhliku, která není substituována nebo je substituována například atomem chloru, hydroxyskupinou, kyanoskupinou, karboxyskupinou, sulfoskupinou, sulfonyskupinou, methoxyskupinou, ethoxyskupinou, methoxykarbonylovou skupinou nebo ethoxykarbonylovou skupinou. Význam "sulfoskupina" zahrnuje obecně formu volné kyseliny (vzorec $-SO_3H$), stejně jako formu soli, přičemž v úvahu přichází zvláště soli alkalických kovů (lithia, sodiku nebo drasliku) nebo soli amonné.

Příklady vhodných substituentů R a R' jsou alkylové skupiny obsahující 1 až 4 atomy uhliku, mezi které se obecně zahrnuje methylová skupina, ethylová skupina, n-propylová skupina, isopropylová skupina, n-butylová skupina,

isobutylová skupina, sek.-butylová skupina nebo
terc.-butylová skupina, dále karboxymethylová skupina,
 β -karboxyethylová skupina, methoxykarbonylmethylová skupina,
ethoxykarbonylmethylová skupina, β -methoxyethylová skupina,
 β -ethoxyethylová skupina, β -chlorethylová skupina,
 γ -chlorpropylová skupina, β -hydroxyethylová skupina,
 β -hydroxybutylová skupina, β -kyanethylová skupina,
sulfomethylová skupina, β -sulfoethylová skupina nebo
 β -sulfatoethylová skupina.

R a R' představují s výhodou nezávisle na sobě methylovou nebo ethylovou skupinu nebo zvláště s výhodou vždy atom vodíku.

Znamená-li R_1 alkoxyskupinu obsahující 1 až 4 atomy uhliku, tak se tímto výrazem obecně rozumí methoxyskupina, ethoxyskupina, n-propoxyskupina, isopropoxyskupina, n-butoxyskupina, isobutoxyskupina, sek.-butoxyskupina nebo terc.-butoxyskupina.

S výhodou R_1 představuje hydroxyskupinu, alkoxyskupinu s 1 až 3 atomy uhliku, alkylthioskupinu s 1 nebo 2 atomy uhliku, aminoskupinu, N-monoalkylaminoskupinu nebo N,N-dialkylaminoskupinu vždy s 1 až 4 atomy uhliku, které nejsou substituovány nebo jsou v alkylové části substituovány hydroxyskupinou, karboxyskupinou, sulfoskupinou, methoxyskupinou nebo ethoxyskupinou, dále znamená fenylaminoskupinu nebo N-alkyl-N-fenylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhliku v alkylové části, které nejsou substituovány nebo jsou substituovány ve fenylové části atomem chloru, methylovou skupinou, methoxyskupinou, karboxyskupinou a/nebo sulfoskupinou nebo znamená morfolinoskupinu.

Tak například výhodné substituenty R_1 jsou hydroxyskupina, methoxyskupina, ethoxyskupina;

n-propoxyskupina, isopropoxyskupina, methylthioskupina,
ethylthioskupina, aminoskupina, methylaminoskupina, ethyl-
aminoskupina, karboxymethylaminoskupina, β -hydroxy-
ethylaminoskupina, N,N-di- β -hydroxyethylaminoskupina,
 β -sulfoethylaminoskupina, fenylaminoskupina, o-methyl-
fenylaminoskupina, m-methylfenylaminoskupina, p-methyl-
fenylaminoskupina, o-methoxyfenylaminoskupina, m-methoxy-
fenylaminoskupina, p-methoxyfenylaminoskupina, o-chlor-
fenylaminoskupina, m-chlorfenylaminoskupina, p-chlorfe-
nylaminoskupina, o-sulfofenylaminoskupina, m-sulfofenyl-
aminoskupina, p-sulfofenylaminoskupina, 2,4-di-
sulfofenylaminoskupina, 2,5-disulfofenylaminoskupina, o-kar-
boxyfenylaminoskupina, N-ethyl-N-fenylaminoskupina, N-methyl-
-N-fenylaminoskupina a morfolinoskupina.

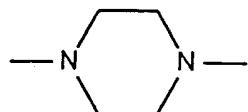
Zvláště výhodné významy substituentu R₁ jsou
N-monoalkylaminoskupina nebo N,N-dialkylaminoskupina vždy
s 1 nebo 2 atomy uhliku, které nejsou substituovány nebo jsou
substituovány v alkylové části karboxyskupinou,
hydroxyskupinou nebo methoxyskupinou nebo znamenají
morfolinoskupinu, ethylthioskupinu, fenylaminoskupinu,
o-sulfofenylaminoskupinu, m-sulfofenylaminoskupinu nebo
p-sulfofenylaminoskupinu.

Obzvláště výhodná forma provedení tohoto vynálezu
spočívá ve sloučeninách obecného vzorce 1 uvedeného svrchu,
ve kterém R₁ znamená N- β -hydroxyethylaminoskupinu,
N,N-di- β -hydroxyethylaminoskupinu nebo morfolinoskupinu.

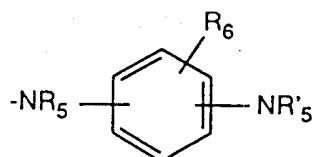
výhodný můstkový člen X odpovídá například některému
ze vzorců 4a až 4e

-NR₅-alk-NR'₅-

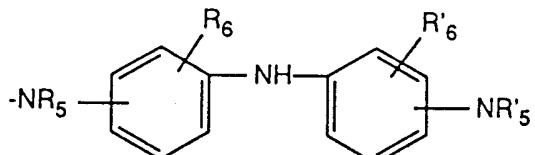
(4a),



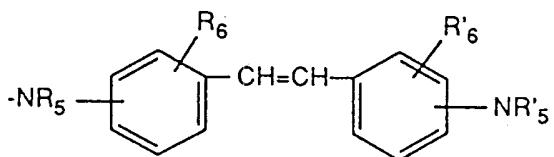
(4b),



(4c),



(4d) nebo



(4e),

v kterýchžto vzorcích

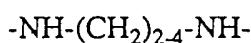
R₅ a R'₅ mají nezávisle na sobě významy a výhodné významy uvedené výše pro R a R',

R₆ a R'₆ znamenají nezávisle na sobě atom vodíku, sulfoskupinu, methylovou skupinu, methoxyskupinu nebo atom chloru a

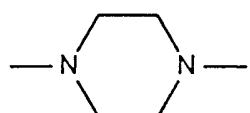
alk znamená alkylenový zbytek obsahující 1 až 6 atomů uhlíku, například methylenový zbytek, ethylenový zbytek, 1,2-propylenový zbytek, 1,3-propylenový zbytek, 1,4-butylenový zbytek, 1,5-pentylenový zbytek nebo 1,6-hexylenový zbytek nebo rozvětvené isomery odvozené od těchto zbytků.

U zbytku alk v obecném vzorci 4a jde s výhodou o alkylenový zbytek se 2 až 4 atomy uhliku. Substituenty R₆ a R₆ v obecných vzorcích 4c, 4d a 4e představují nezávisle na sobě s výhodou atom vodíku nebo sulfoskupinu.

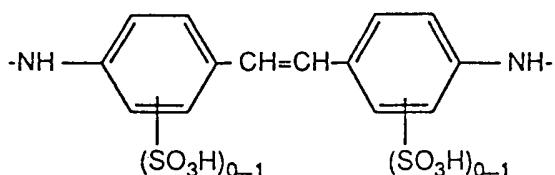
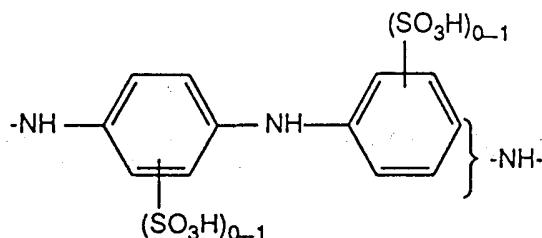
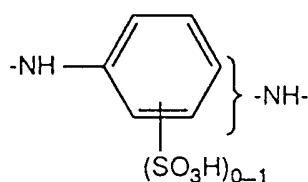
Výhodný můstkový člen X odpovídá obecnému vzorci 4a až 4e



(4a'),



(4b'),



Znamená-li symbol n v obecném vzorci 1 číslo 1, tak jsou substituenty A a A' a R a R' s výhodou vždy stejné.

V obecném vzorci 1 se symbol n může měnit

a představuje číslo 1 nebo s výhodou znamená nulu.

Pokud v obecném vzorci 2 substituent R_2 nebo R_3 znamená alkanoylaminoskupinu obsahující 2 až 4 atomy uhliku, tak jde například o nesubstituovanou nebo hydroxyskupinou substituovanou acetylaminoskupinu, propionylaminoskupinu nebo butyrylaminoskupinu a s výhodou jde o alkanoylaminoskupinu obsahující 2 nebo 3 atomy uhliku, která není substituována nebo je substituována hydroxyskupinou. Příklady vhodných alkanoylaminoskupin R_2 a R_3 jsou acetylaminoskupina, n-propionylaminoskupina, isopropionylaminoskupina, hydroxyacetylaminoskupina, 2-hydroxypropionylaminoskupina a 3-hydroxypropionylaminoskupina, přičemž zvláště výhodné významy jsou acetylaminoskupina a hydroxyacetylaminoskupina.

R_2 a/nebo R_3 představují nezávisle na sobě s výhodou methylovou skupinu, ethylovou skupinu, methoxyskupinu, ethoxyskupinu, sulfoskupinu, hydroxyskupinu, atom chloru, karboxyskupinu, acetylaminoskupinu, propionylaminoskupinu nebo hydroxyacetylaminoskupinu.

Obzvláště výhodné významy R_2 a R_3 jsou navzájem nezávislé a představují methylovou skupinu, methoxyskupinu, sulfoskupinu a acetylaminoskupinu.

Jedna zvláště výhodná forma provedení tohoto vynálezu spočívá ve sloučeninách obecného vzorce 1, ve kterém R_2 představuje methoxyskupinu a R_3 znamená methylovou skupinu.

Fenylový zbytek a) může například být dále substituován stejnými nebo rozdílnými substituenty, které jsou zvoleny ze souboru zahrnujícího alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxykskupinu s 1 až 4 atomy uhliku, atom halogenu, hydroxyskupinu, karboxyskupinu, sulfoskupinu a nesubstituovanou nebo hydroxyskupinou substituovanou.

alkanoylaminoskupinu se 2 až 4 atomy uhliku a arylazoskupinu.

Příklady atomů halogenu jako substituentů jsou obecně atom bromu, atom fluoru a zvláště atom chloru.

Vhodné arylazoskupiny jako substituenty na fenylovém zbytku a) jsou například 1-naftylazoskupina, 2-naftylazoskupina nebo s výhodou fenylazoskupina, přičemž tyto jmenované zbytky jsou vždy nesubstituované nebo mohou být dále substituovány například sulfoskupinou, alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxyskupinou s 1 až 4 atomy uhliku, hydroxyskupinou a/nebo atomem halogenu. Pokud je fenylový zbytek a) substituován arylazoskupinou, jde přitom o nesubstituovanou fenylazoskupinu nebo o fenylazoskupinu, která je substituována sulfoskupinou, methylovou skupinou, methoxyskupinou a/nebo atomem chloru.

Fenylový zbytek a) s výhodou neobsahuje žádné další substituenty nebo je dále substituován jedním nebo větším počtem substituentů, které jsou zvoleny ze souboru zahrnujícího alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxyskupinu s 1 až 4 atomy uhliku, atom chloru, hydroxyskupinu, karboxyskupinu, alkanoylaminoskupinu se 2 atomy uhliku a fenylazoskupinu, která není substituována nebo je substituována sulfoskupinou, methylovou skupinou, methoxyskupinou a/nebo atomem chloru.

Zvláště výhodně fenylový zbytek a) neobsahuje žádné další substituenty nebo je dále jednou substituován methylovou skupinou, methoxyskupinou, acetylaminoskupinou a/nebo atomem chloru.

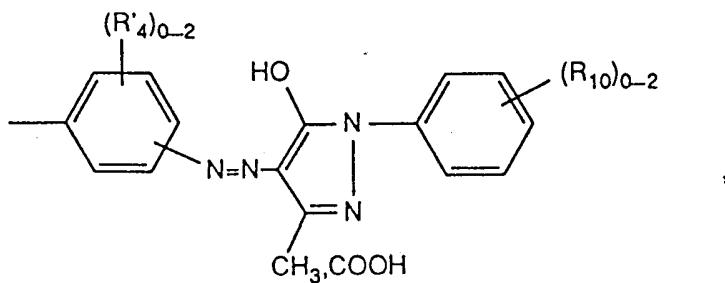
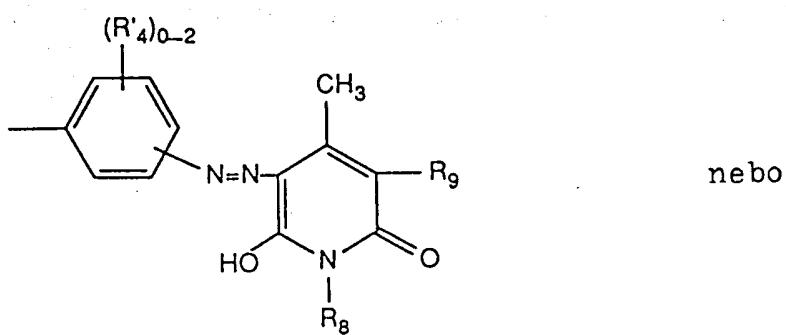
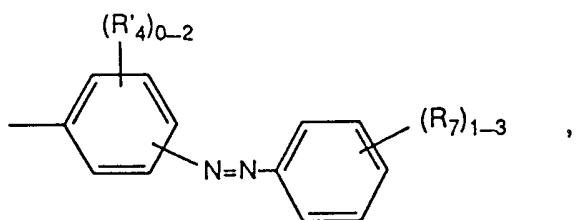
$(R_4)_0-4$ v obecném vzorci 3 představuje s výhodou 0 až 4 stejné nebo rozdílné zbytky, které jsou zvoleny ze souboru zahrnujícího methylovou skupinu, methoxyskupinu, atom chloru,

hydroxyskupinu, karboxyskupinu a sulfoskupinu.

Příklady vhodných substituentů na zbytku Y jsou alkylová skupina s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxyskupina s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxyalkylová skupina s 1 až 4 atomy uhliku jak v alkylové, tak v alkoxylové části, například methoxymethylová skupina, ethoxymethylová skupina, n-propoxymethylová skupina, isopropoxymethylová skupina, n-butoxymethylová skupina, ethoxyethylová skupina, n-butoxyethylová skupina, ethoxypropyllová skupina, butoxypropyllová skupina nebo methoxybutylová skupina, popřípadě hydroxyskupinou substituovaná alkanoylaminoskupina se 2 až 4 atomy uhliku, například acetylaminoskupina, propionylaminoskupina nebo hydroxyacetylaminoskupina, dále benzoylaminoskupina, aminoskupina, N-monoalkylaminoskupina nebo N,N-dialkylaminoskupina vždy s 1 až 4 atomy uhliku v každé alkylové části, které jsou nesubstituovány nebo jsou substituovány v alkylové části hydroxyskupinou, skupinou vzorce $-OCOCH_3$, $-OSO_3H$, kyanoskupinou nebo atomem halogenu, jako je například methylaminoskupina, ethylaminoskupina, n-propylaminoskupina, isopropylaminoskupina, n-butylaminoskupina, sek.-butylaminoskupina, isobutylaminoskupina nebo terc.-butylaminoskupina, N,N-di- β -hydroxyethylaminoskupina, N,N-di- β -sulfatoethylaminoskupina, hydroxypropylaminoskupina, β -sulfatoethylaminoskupina, β -chlorethylaminoskupina, β -acetoxyethylaminoskupina, fenylaminoskupina, monosulfobenzylaminoskupina nebo disulfobenzylaminoskupina, alkoxykarbonylová skupina s 1 až 4 atomy uhliku v alkoxylové části, například methoxykarbonylová skupina nebo ethoxykarbonylová skupina, alkylsulfonylová skupina s 1 až 4 atomy uhliku, například methylsulfonylová skupina nebo ethylsulfonylová skupina, fenzylsulfonyloxyskupina, trifluormethylová skupina, nitroskupina, kyanoskupina, atom halogenu, karbamoylová skupina, N-monoalkylkarbamoylová skupina nebo

N,N-dialkylkarbamoylová skupina vždy s 1 až 4 atomy uhliku v každé alkylové části, sulfamoylová skupina, N-monoalkylsulfamoylová skupina nebo N,N-dialkylsulfamoylová skupina vždy s 1 až 4 atomy uhliku v každé alkylové části, N-(β -hydroxyethyl)sulfamoylová skupina, N,N-di-(β -hydroxyethyl)sulfamoylová skupina, N-fenylsulfamoylová skupina, hydroxyskupina, karboxyskupina, sulfoskupina, sulfomethylová skupina, ureidoskupina nebo fenylazoskupina, která není substituována nebo je substituována například sulfoskupinou, alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxykskupinou s 1 až 4 atomy uhliku, hydroxyskupinou a/nebo atomem halogenu.

A odpovídá jako zbytek odlišný od A s výhodou obecnému vzorci



ve kterýchžto vzorcích

$(R_4)_{0-2}$ představuje 0 až 2 stejné nebo rozdílné zbytky, které jsou zvoleny ze souboru zahrnujícího methylovou skupinu, methoxyskupinu, sulfoskupinu, atom chloru, hydroxyskupinu nebo karboxyskupinu,

$(R_7)_{1-3}$ představuje 1 až 3 stejné nebo rozdílné substituenty, které jsou zvoleny ze souboru zahrnujícího sulfoskupinu, methylovou skupinu, methoxyskupinu, atom chloru, hydroxyskupinu, karboxyskupinu, o-sulfofenylazoskupinu, m-sulfofenylazoskupinu nebo p-sulfofenylazoskupinu,

R_8 znamená atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkoxyalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku jak v alkylové, tak alkoxylové části,

R_9 představuje sulfomethylovou skupinu, kyanoskupinu nebo karbamoylovou skupinu a

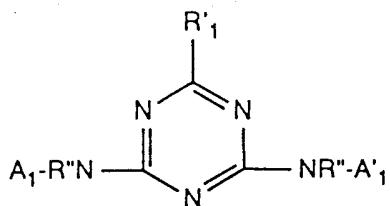
$(R_{10})_{0-2}$ představuje 0 až 2 stejné nebo rozdílné substituenty, které jsou zvoleny ze souboru zahrnujícího methylovou skupinu, methoxyskupinu, sulfoskupinu, hydroxyskupinu, aminoskupinu, acetylaminoskupinu a hydroxyacetylaminoskupinu.

V úvahu přicházejí kromě toho také kovové komplexy zbytků A uvedených svrchu, jako například komplexy mědi.

Zvláště výhodná forma provedení tohoto vynálezu se týká symetrických sloučenin svrchu uvedeného obecného vzorce 1, kde n představuje číslo 0 a A a A', stejně jako R a R'

jsou vždy stejné.

Dobré výsledky vybarvování se zejména dosáhnou se sloučeninami obecného vzorce 1a

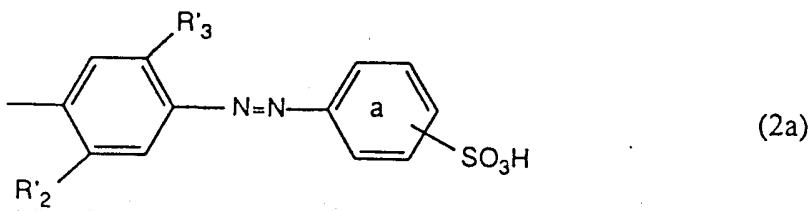


ve kterém

R'' představuje atom vodíku, methylovou skupinu nebo ethylovou skupinu,

R₁ znamená hydroxyskupinu, alkoxykskupinu s 1 až 3 atomy uhliku, alkylthioskupinu s 1 nebo 2 atomy uhliku, aminoskupinu, N-monoalkylaminoskupinu nebo N,N-dialkylaminoskupinu vždy s 1 až 4 atomy uhliku, která není substituována nebo je substituována v alkylové části hydroxyskupinou, karboxyskupinou, sulfoskupinou, methoxyskupinou nebo ethoxyskupinou, dále znamená fenylaminoskupinu nebo N-alkyl-N-fenylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhliku v alkylové části, které nejsou substituovány nebo jsou substituovány ve fenylové části methoxyskupinou, methylovou skupinou, atomem chloru, karboxyskupinou a/nebo sulfoskupinou, nebo znamená morfolinoskupinu,

A₁ znamená zbytek obecného vzorce 2a

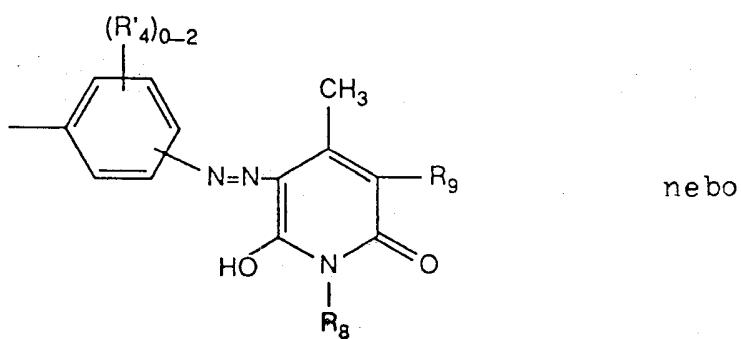
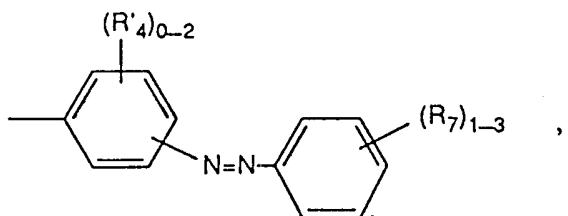


ve kterém

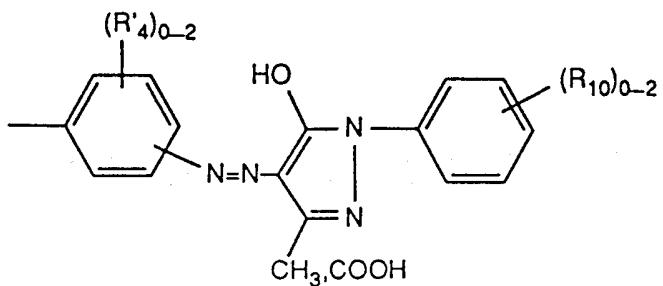
R_2 a R_3 znamenají nezávisle na sobě methylovou skupinu, ethylovou skupinu, methoxyskupinu, ethoxyskupinu, sulfoskupinu, hydroxyskupinu, atomem chloru, karboxyskupinu, acetylaminoskupinu, propionylamino-skupinu nebo hydroxyacetylaminoskupinu a

fenylový zbytek a) není nesubstituován nebo je dále substituován alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxykskupinou s 1 až 4 atomy uhliku, atomem halogenu, hydroxyskupinou, karboxyskupinou, sulfoskupinou, alkanoylaminoskupinou se 2 až 4 atomy uhliku a/nebo arylazoskupinou, které nejsou nesubstituovány nebo jsou substituovány hydroxyskupinou a

A 1 představuje jeden ze zbytků obecných vzorců



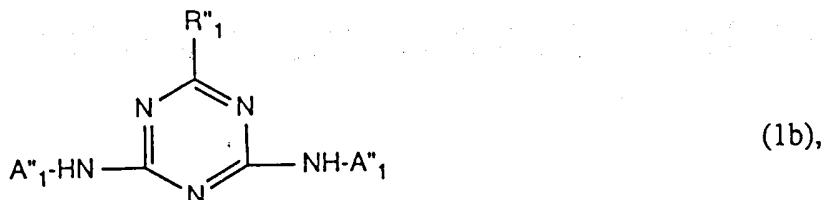
nebo



ve kterém

(R₄)₀₋₂, (R₇)₁₋₃, R₈, R₉ a (R₁₀)₀₋₂
mají významy uvedené výše nebo s výhodou představují
A₁.

Zvláště dobré vybarvovací vlastnosti projevuje
sloučenina obecného vzorce 1b

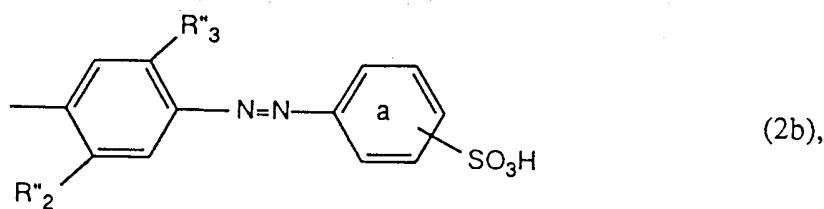


ve kterém

R''₁ znamená N-monoalkylaminoskupinu nebo N,N-di-alkylaminoskupinu vždy s 1 nebo 2 atomy uhliku, která není substituována nebo je substituována v alkylové části karboxyskupinou, hydroxyskupinou nebo methoxyskupinou, morfolinoskupinu, ethylthioskupinu,

fenylaminoskupinu, o-sulfofenylaminoskupinu, m-sulfofenylaminoskupinu nebo p-sulfofenylaminoskupinu a

A"1 znamená zbytek vzorce 2b

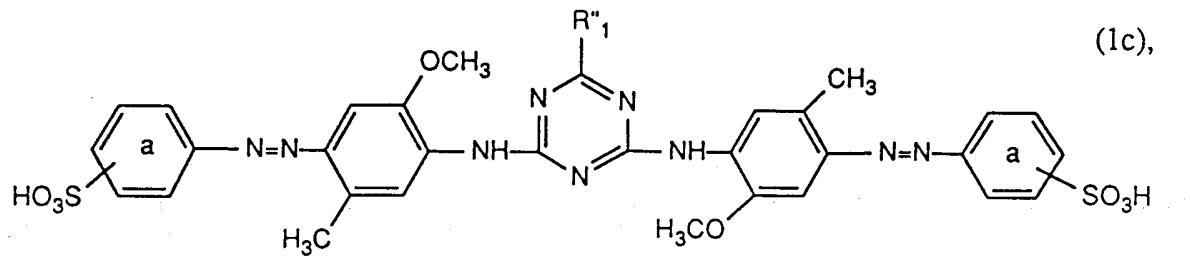


ve kterém

R"2 a R"3 znamenají nezávisle na sobě methylovou skupinu, methoxyskupinu, sulfoskupinu nebo acetylaminoskupinu a

fenylový zbytek a) není nesubstituován nebo je dále substituován alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxykskupinou s 1 až 4 atomy uhliku, atomem chloru, hydroxyskupinou, karboxyskupinou, alkanoylamino-skupinou se 2 nebo 3 atomy uhliku a/nebo fenylazoskupinou, která není substituována nebo je substituována sulfoskupinou, methylovou skupinou, methoxyskupinou a/nebo atomem chloru.

Zvláště výhodnou formu provedení tohoto vynálezu představují sloučeniny obecného vzorce 1c

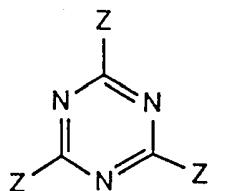


ve kterém

R''_1 znamená $N-\beta$ -hydroxyethylaminoskupinu, N,N -di- β -hydroxyethylaminoskupinu nebo morfolinoskupinu a

fenylový zbytek není substituován nebo je dále substituován methylovou skupinou, methoxyskupinou, acetylaminoskupinou nebo atomem chloru.

Způsob výroby sloučenin svrchu uvedeného obecného vzorce 1, ve kterém n představuje číslo 0, se vyznačuje tím, že se sloučenina obecného vzorce 5



ve kterém

Z představuje atom halogenu, s výhodou atom chloru,

nechá postupně, v libovolném pořadí reagovat se sloučeninou obecného vzorce 6

A - NHR

(6)

ve kterém

A a R mají významy uvedené výše,

se sloučeninou obecného vzorce 7

A' - NHR'

(7)

ve kterém

A' a R' mají významy uvedené výše

a se sloučeninou obecného vzorce 8

R₁ - H

(8)

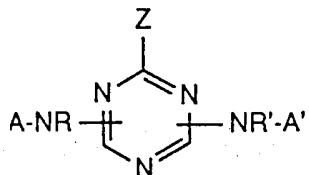
ve kterém

R₁ má význam uvedený výše.

S výhodou se nechá reagovat trihalogentriazinová sloučenina obecného vzorce 5 nejprve s přibližně stechiometrickým množstvím aminoazosloučeniny obecného vzorce 6 za teploty od -5 do 20 °C, s výhodou za teploty od 0 do 5 °C, přičemž hodnota pH se udržuje neutrální až slabě kyselá, výhodně v rozmezí od 5 až do 7, přídavkem vhodné báze, jako je například amonná báze nebo báze tvořená alkalickým kovem, jako je amoniak, hydroxid lithný, hydroxid sodný, hydroxid draselný, uhličitan lithný, uhličitan sodný nebo uhličitan draselný. K získané reakční směsi se účelně přidá přibližně .

stechiometrické množství aminoazosloučeniny obecného vzorce 7 a získaná reakční směs se udržuje při lehce zvýšené teplotě, s výhodou od 30 do 50 °C a při neutrální až slabě kyselé hodnotě pH, s výhodou od 6 do 7 a uvede do reakce s triazinovým derivátem. Jedná-li se u sloučenin obecného vzorce 6 a 7 o identické aminoazosloučeniny, tak se uvádí do reakce přibližně 2 ekvivalenty tohoto aminoazobarviva s 1 ekvivalentem triazinové sloučeniny, přičemž teplota se nejprve udržuje při -5 až 20 °C a potom se zvýší přibližně na 30 až 50 °C.

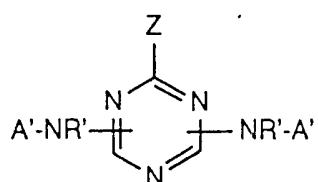
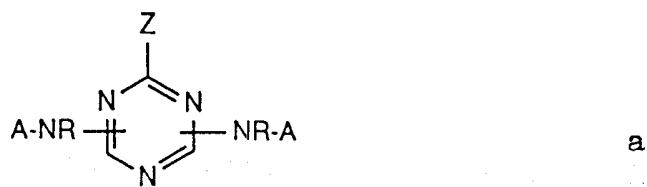
Další možnost spočívá v tom, že se triazinová sloučenina obecného vzorce 5 nechá reagovat se směsí, která obsahuje jak sloučeninu obecného vzorce 6, tak také sloučeninu obecného vzorce 7, která se od této sloučeniny odlišuje, přičemž se dostane směs asymetrické sloučeniny obecného vzorce



ve kterém

Z, A, A', R a R' mají významy uvedené výše,

a dvou asymetrických sloučenin obecného vzorce



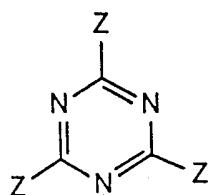
ve kterýchžto vzorcích

Z, A, A', R a R' mají významy uvedené výše.

Triazinylová barviva, která se dají získat způsobem popsaným svrchu, obsahují ještě jeden atom halogenu Z, který se může převést další reakcí se sloučeninou obecného vzorce 8 za zvýšené teploty, s výhodou při teplotě od 70 až do 100 °C a při neutrální nebo slabě alkalické hodnotě pH, která vždy podle použité sloučeniny obecného vzorce 8 obnáší například od 7 do 9, na libovolnou skupinu R₁.

Sloučeniny svrchu uvedeného obecného vzorce 1, ve kterém n představuje číslo 1, se mohou vyrobit například tím způsobem, že se

a) v libovolně zvoleném pořadí nechá reagovat sloučenina obecného vzorce 5



(5)

ve kterém

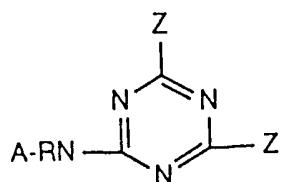
Z znamená atom halogenu, s výhodou atom chloru,
se sloučeninou obecného vzorce 6

A - NHR

(6)

ve kterém

A a R mají významy uvedené výše,
na sloučeninu obecného vzorce 9



(9)

ve kterém

A, R a Z mají významy uvedené výše,
a další podíl sloučeniny obecného vzorce 5 se nechá reagovat

sloučeninou obecného vzorce 7

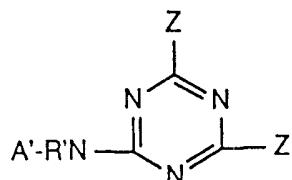


(7)

ve kterém

A' a R' mají významy uvedené výše,

za vzniku sloučeniny obecného vzorce 9a



(9a)

ve kterém

A' , R' a Z mají významy uvedené výše,

b) sloučenina obecného vzorce 10



(10)

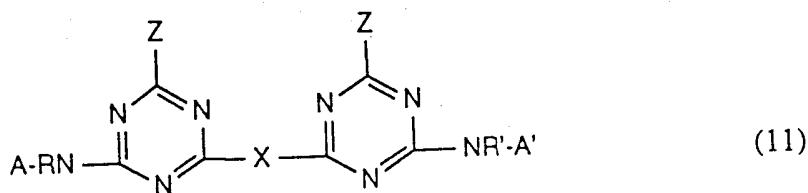
ve kterém

X má význam uvedený výše,

se nechá reagovat postupně v libovolném pořadí se sloučeninami obecného vzorce 9 a 9a, které se získaly podle

kroku a) a

c) sloučenina obecného vzorce 11, získaná v kroku b),



ve kterém

A, A', R, R' a Z mají významy uvedené výše,

se nechá reagovat se sloučeninou obecného vzorce 8



ve kterém

R₁ má význam uvedený výše.

Reakce sloučeniny obecného vzorce 5 se sloučeninou obecného vzorce 6 nebo obecného vzorce 7 podle kroku a) se přitom provádí s výhodou jak je popsáno svrchu.

Reakce sloučeniny obecného vzorce 10 postupně se sloučeninami obecného vzorce 9 a obecného vzorce 9a, které se získaly podle kroku a), se s výhodou provádí za lehce zvýšené teploty, účelně například při 30 až 50 °C a při neutrální nebo slabě kyselé hodnotě pH, například při 6 až 7, přičemž se účelně použijí přibližně stechiometrická množství sloučeniny obecného vzorce 9, obecného vzorce 9a a obecného

vzorce 10. Jde-li u sloučenin obecného vzorce 6 a obecného vzorce 7 o identické aminoazosloučeniny, tak se s výhodou vyrobí nejprve 2 molární ekvivalenty sloučeniny obecného vzorce 9 a ty se nechají reagovat přibližně s 1 molárním ekvivalentem sloučeniny obecného vzorce 10. Sloučeniny obecného vzorce 11, které se dají získat podle kroku b), obsahují ještě dva atomy halogenu Z, které se s výhodou mohou převést na libovolnou skupinu R₁, jak je popsáno výše.

Další předmět tohoto vynálezu se týká použití azobarviv obecného vzorce 1, popřípadě také směsi těchto sloučenin, k barvení nebo potiskování vláknitých materiálů, které obsahují dusík nebo které zvláště obsahují hydroxyskupinu.

Průmyslová využitelnost

Azobarviva obecného vzorce 1 se hodí k vybarvování nebo potiskování vláknitých materiálů, které obsahují dusík nebo zvláště vlátnitých materiálů na bázi celulózy, s výhodou textilních materiálů z hedvábí, vlny nebo syntetických polyamidů, stejně jako s výhodou celulózových vláken, jako je chemické hedvábí z regenerované celulózy, bavlna nebo konopí.

Vzhledem k vybarvovacím vlastnostem se tato barviva mohou označit jako barviva k přímému natahování nebo přímá barviva (C. I. direct dyes).

Rovněž se mohou vybarvovat vlátnité materiály ze smíšených vláken, jako například ze směsi vlny a bavlny, polyamidu a bavlny, polyakrylátu a bavlny nebo zvláště ze směsi tvořené vlákny polyesteru a bavlny, barvícím způsobem prováděným v jediné lázni a v přítomnosti barviv pro každý jiný typ vláken.

Textilní vlákna se mohou předkládat v předpracovaném stavu, jako například vlákna, příze, tkanina nebo pletené zboží.

Vedle textilních substrátů se může sloučeninami (barvivy) obecného vzorce 1 podle tohoto vynálezu vybarvovat také kůže a papír.

Se sloučeninami podle tohoto vynálezu se získá rovnoměrné vybarvení žlutých barevných odstínů s dobrou obecnou stálostí, zvláště dobrou stálostí proti otěru, vlhkosti, otěru za vlhka, potu a na světle. Pokud je zapotřebí, může se ještě podstatně zlepšit stálost za vlhka, zvláště stálost při praní, získaného přímého vybarvení nebo potiskování dodatečným zpracováním s tak zvanými fixačními prostředky.

Barviva obecného vzorce 1 podle tohoto vynálezu se mohou dobře kombinovat s jinými barvivy, zvláště pak s disperzními barvivy. Barviva podle tohoto vynálezu projevují vynikající stálost za vysoké teploty a může se s nimi barvit za podmínek pro vybarvování polyesterových vláken, to znamená při teplotách v rozmezí od přibližně 100 do 150 °C, s výhodou od 110 až do 130 °C, z vodné lázně a při hodnotě pH od 4 do 7,5, s výhodou od 5 do 7.

Kromě toho je možné používat obvyklá disperzní barviva společně s barvivy obecného vzorce 1 podle tohoto vynálezu při jednostupňovém způsobu, prováděném v jediné lázni, k barvení smíšených vláken (směsných tkanin) z polyesteru a bavlny, přičemž oba druhy vláken se vybarvují uvedeným barvivem současně a se stálým účinkem. Použije-li se disperzního barviva se stejným barevným odstínem, jako má barvivo podle tohoto vynálezu, tak je také možné dosáhnout

vybarvení tón v tónu.

S připravky obsahujícími barvivo obecného vzorce 1 podle tohoto vynálezu se může podstatně zjednodušit vybarvování textilních smíšených vláken (směsných tkanin), například z polyesterových a celulózových vláken. Přitom již není dále zapotřebí obvyklé vybarvení každého vlákkenného druhu ze smíšeného vlákna v odděleném pracovním kroku za použití rozdílných podmínek při vybarvování.

Sloučeniny obecného vzorce 1 podle tohoto vynálezu se hodí také pro výrobu vodných inkoustů pro tisk prováděný paprskem inkoustu (ink-jet printing).

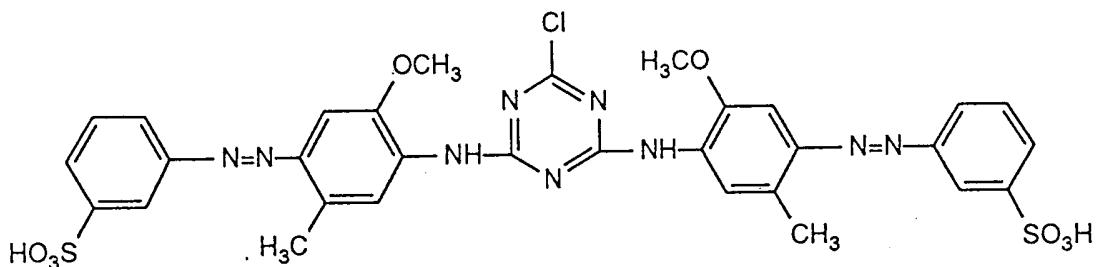
Příklady provedení vynálezu

Dále uvedené příklady slouží k objasnění vynálezu. Díly a procenta se vztahují k hmotnosti, pokud není uvedeno jinak. Díly hmotnostní a díly objemové jsou ve stejném vzájemném vztahu, jako je kilogram a litr. Teploty se uvádějí ve stupních Celsia.

Příklad 1

17,3 dílů kyseliny 1-aminobenzen-3-sulfonové se suspenduje ve 100 dílech směsi vody a ledu a 22 dílech koncentrované kyseliny chlorovodíkové a za teploty 0 až 5 °C se diazotuje 7 díly dusitanu sodného, který je rozpustěn ve 20 dílech vody. Přebytek dusitanu se nakonec rozloží kyselinou sulfamovou. Takto vyrobený roztok diazosloučeniny se poté vnese do roztoku 14,2 dílů 3-amino-4-methoxytoluenu ve 120 dílech směsi vody a ledu a 20 dílech koncentrované kyseliny chlorovodíkové, přičemž hodnota pH se udržuje mezi 4,5 a 5,0 přidáváním octanu sodného. Reakční směs se nechá dále míchat po dobu 2 hodin za teploty 5 až 10 °C a potom se

aminoazobarvivo odfiltruje, filtrační koláč se promyje roztokem chloridu sodného a vysuší. 25,7 dílů získané surové aminoazosloučeniny se suspenduje ve 300 dílech vody, která je ochlazena na teplotu přibližně 5 °C, přídavkem roztoku hydroxidu sodného se upraví hodnota pH na 7 a nakonec se k suspenzi přidá 7,4 dílů kyanurchloridu ve 100 dílech směsi vody a ledu. Získaná směs se nechá míchat za teploty 0 až 10 °C po dobu 2 hodin, poté se zahřeje na teplotu 40 °C a ponechá se za teploty 40 až 50 °C míchat po dobu 5 hodin, přičemž hodnota pH se po celou dobu míchání udržuje na 6,5 až 7 přidáváním roztoku hydroxidu sodného. Produkt se vysolí chloridem sodným, odfiltruje, promyje roztokem chloridu sodného a vysuší. Dostane se barvivo, které ve formě volné kyseliny odpovídá vzorci

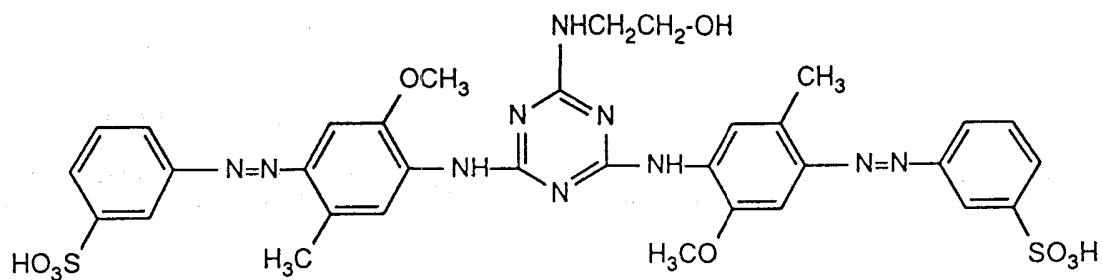


a na bavlně se tímto barvivem dosahuje čistě žlutého odstínu do zelena, přičemž získané vybarvení má dobrou stálost proti světlu a vlhkosti.

Příklad 2

10 dílů barviva, které se získalo způsobem podle příkladu 1, se michá s 1,2 díly ethanolaminu ve 250 dílech vody za teploty 90 až 95 °C po dobu přibližně 6 hodin, přičemž se hodnota pH udržuje 7,5 přidáváním roztoku hydroxidu sodného. Produkt se nakonec vysolí, odfiltruje a vysuší. Získané barvivo odpovídá ve formě volné kyseliny

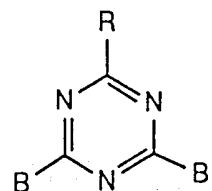
vzorci



a vybarvuje bavlnu a viskózové materiály čistým žlutým odstínem s dobrou stálostí proti světlu a vlhkosti.

Příklady 3 až 27

Obdobně jako je popsáno v příkladech 1 a 2 se mohou vyrobit barviva uvedená v tabulce 1, která odpovídají obecnému vzorci



Celulózové materiály tato barviva vybarvují uvedenými odstíny s dobrou obecnou stálostí.

Tabulka 1

Příklad	B	R	Odstín na bavlně
3			žlutý
4			oranžový
5			žlutý do zelena
6			zlatozlutý
7			zlatozlutý
8			oranžový
9			žlutý

Tabulka 1 - pokračování

Přípravklad	B	R	Odstín na bavlně
10		-Cl	zlatozlutý
11			zlatozlutý
12		-NHCH2COOH	zlatozlutý
13		-N(CH2CH2OH)2	oranžový
14		-N(CH2CH2OH)2	žlutý
15			žlutý do zelená
16			žlutý

Tabulka 1 - pokračování

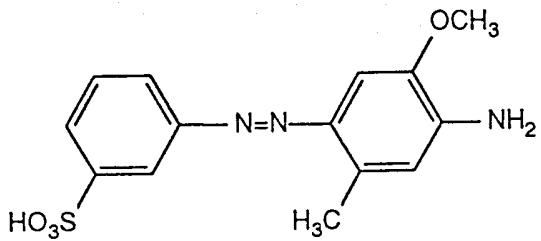
Příklad	B	R	Odstín na bavlně
17		-N(CH ₂ CH ₂ OH) ₂	šarlachovo-žlutooranžový
18		-N(CH ₂ CH ₂ OH) ₂	zlatozlutý
19		-N(OC ₄ H ₈) ₂ O	žlutý
20		-N(OC ₄ H ₈) ₂ O	oranžový
21		-N(CH ₂ CH ₂ OH) ₂	žlutý do zelena
22		-N(OC ₄ H ₈) ₂ O	žlutý do zelena
23		-N(OC ₄ H ₈) ₂ O	hnědooranžový

Tabulka 1 - pokračování

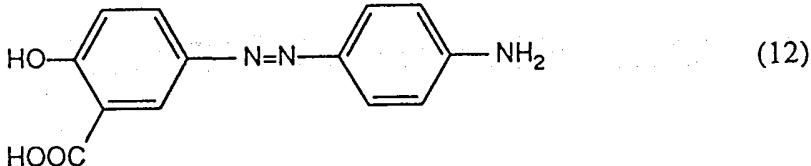
Příklad	B	R	Odstín na bavlně
24			zlato žlutý
25			žlutý
26			zlato žlutý
27			šarla-chový

Příklad 28

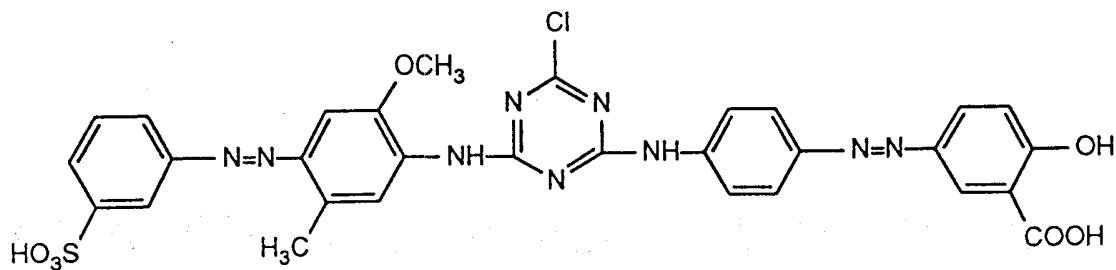
Do 50 dílů acetonu a 300 dílů směsi vody a ledu se předloží 5,5 dílů kyanurchloridu a k získané směsi se přidá 9,6 dílů aminoazobarviva vzorce



ve 300 dílech vody za teploty od 0 do 5 °C a hodnota pH se upraví na 7. Reakční směs se nechá dále míchat za teploty 0 až 10 °C po dobu 3 hodin a přitom se udržuje hodnota pH 6,5 až 7,0 přidáváním roztoku hydroxidu sodného. Poté se k výše uvedené reakční směsi přidá 7,7 dílů aminoazobarviva vzorce 12



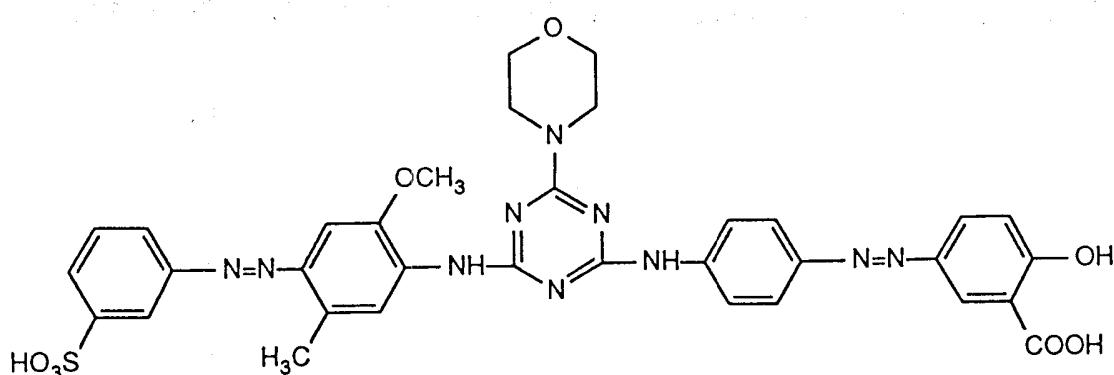
ve 100 dílech vody při hodnotě pH 7,0. Vše se míchá za teploty 40 až 50 °C po dobu přibližně 6 hodin a hodnotě pH 5, která se udržuje konstantní přidáváním roztoku hydroxidu sodného. Produkt se potom vysoli, odfiltruje, promyje 20% roztokem chloridu sodného a vysuší. Barvivo odpovídá ve formě volné kyseliny vzorci



a vybarvuje bavlnu čistě žlutým odstínenem do zelena s dobrou obecnou stálostí.

Příklad 29

10,3 dílů monochlorsloučeniny získané způsobem podle příkladu 28 se míchá ve 200 dílech vody a po přídavku 2,0 dílů morfolinu se zahřeje na teplotu přibližně 95 °C. Reakční směs se nechá za této teploty míchat po dobu 6 hodin a přitom se udržuje hodnota pH 7,5 přidáváním roztoku hydroxidu sodného. Potom se produkt vysráží chloridem sodným a ethanolem, odfiltruje, promyje roztokem chloridu sodného a vysuší. Barvivo odpovídá ve formě volné kyseliny vzorci



a vybarvuje bavlnu čistým žlutým odstínenem do zelena s dobrou obecnou stálostí.

Příklady 30 až 34

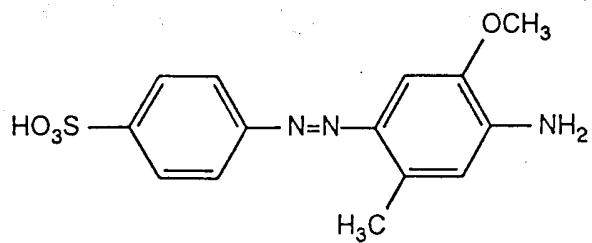
Pokud se použije způsobu jako v příkladech 28 a 29 a místo aminoazobarviva vzorce 12 se použije ekvivalentního množství aminoazobarviva, které je uvedeno v tabulce 2, tak se též dostanou cenná barviva, která vybarvují bavlnu žlutým nebo oranžovým odstínem s dobrou obecnou stálostí.

Tabulka 2

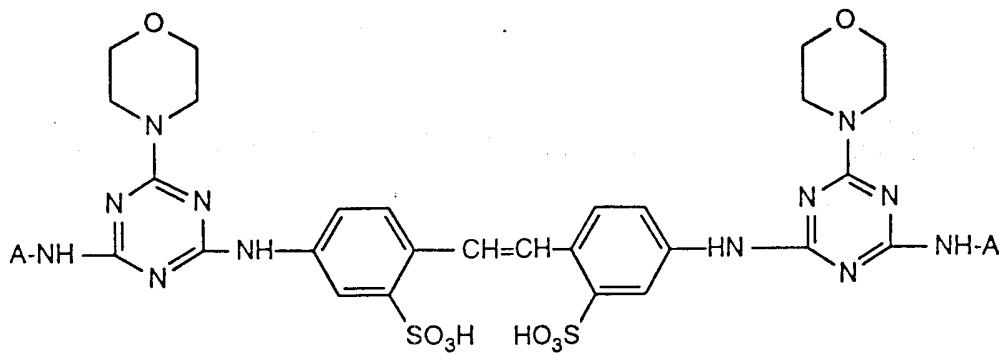
Příklad	Aminoazobarvivo
30	<p>Chemical structure 30: Aminoazobenzene derivative. It features a central azo group ($N=N$) linked to a phenyl ring at one end and a pyridine ring at the other. The phenyl ring has an amino group (H_2N) at position 1 and a 4-sulfophenyl group (HO_3S-) at position 4. The pyridine ring has a methyl group (CH_3) at position 2, a hydroxyl group (HO) at position 4, and a carbamoyl group ($CONH_2$) at position 5.</p>
31	<p>Chemical structure 31: Aminoazobenzene derivative. It features a central azo group ($N=N$) linked to a phenyl ring at one end and a pyridine ring at the other. The phenyl ring has an amino group (H_2N) at position 1 and a 4-sulfophenyl group (HO_3S-) at position 4. The pyridine ring has a methyl group (CH_3) at position 2, a hydroxyl group (HO) at position 4, and a methylsulfone group (CH_2-SO_3H) at position 5.</p>
32	<p>Chemical structure 32: Aminoazobenzene derivative. It features a central azo group ($N=N$) linked to a phenyl ring at one end and a biphenyl group at the other. The phenyl ring has an amino group (H_2N) at position 1 and a 4-methoxyphenyl group (H_3CO-) at position 4. The biphenyl group has a methyl group (CH_3) at position 2 and a sulfonic acid group (SO_3H) at position 5.</p>
33	<p>Chemical structure 33: Aminoazobenzene derivative. It features a central azo group ($N=N$) linked to a phenyl ring at one end and a naphthalene ring at the other. The phenyl ring has an amino group (H_2N) at position 1 and a 4-hydroxy-2-sulfophenyl group (SO_3H) at position 2. The naphthalene ring has a hydroxyl group (OH) at position 1.</p>
34	<p>Chemical structure 34: Aminoazobenzene derivative. It features a central azo group ($N=N$) linked to a phenyl ring at one end and an imidazo[1,2-b]pyridine ring at the other. The phenyl ring has an amino group (H_2N) at position 1 and a 4-sulfophenyl group (SO_3H) at position 4. The imidazo[1,2-b]pyridine ring has a hydroxyl group (HO) at position 2 and a methyl group (H_3C) at position 5.</p>

Příklad 35

4,6 dílů kyanurchloridu se vnese do 50 dílů acetonu a 300 dílů směsi vody a ledu a přidá se 8,5 dílů aminoazobarviva vzorce

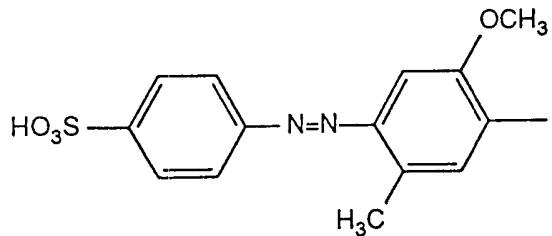


ve 300 dílech vody za teploty 0 až 5 °C a při hodnotě pH 7. Reakční směs se nechá míchat za teploty 0 až 10 °C po dobu 3 hodin a přitom se udržuje hodnota pH 7,0 na konstantní úrovni přidáváním roztoku hydroxidu sodného. Nakonec se přidá 4,6 dílů kyseliny 4,4 -diaminostilben-2,2 -disulfonové, která je rozpuštěna při neutrální hodnotě pH v 50 dílech vody. Reakční směs se zahřeje na teplotu přibližně 40 °C a míchá se po dobu 6 hodin za teploty 40 až 50 °C, přičemž se udržuje hodnota pH 7 přidáváním roztoku hydroxidu sodného. Poté se přidají 3,3 díly morfolinu a reakční směs se zahřeje na teplotu 95 °C a za této teploty se ponechá po dobu 4 hodin míchat při hodnotě pH 7,5. Barvivo se vysolí chloridem sodným, odfiltruje, promyje a vysuší. Získaná sloučenina odpovídá ve volné formě kyselině vzorce



ve kterém

A představuje zbytek vzorce

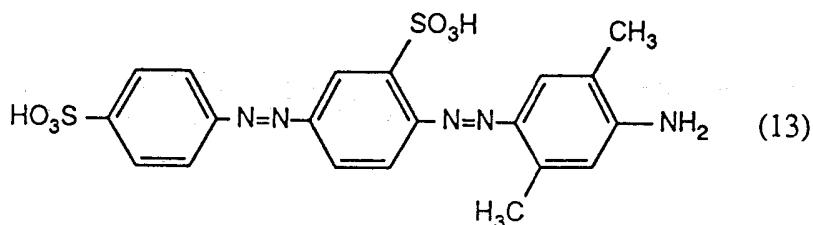


a vybarvuje bavlnu oranžovým odstínenem do žluta s dobrou obecnou stálostí.

Příklad 36

115,5 g 80% kyseliny 4-aminobenzen-3,4-disulfonové se rozpustí ve směsi vody a koncentrované kyseliny chlorovodíkové a diazotuje 125 ml 4-normálního roztoku dusitanu sodného obvyklým způsobem. Roztok diazoniové soli se pomalu za chlazení ledem přikape k roztoku 30,3 g 2,5-dimethylanilinu v N,N-dimethylformamidu, přičemž během kopulační reakce se udržuje konstantní hodnota pH 4,8 až 5

přidáváním octanu sodného. Reakční směs se nechá míchat přes noc a poté se odfiltruje vysrážený produkt vzorce 13



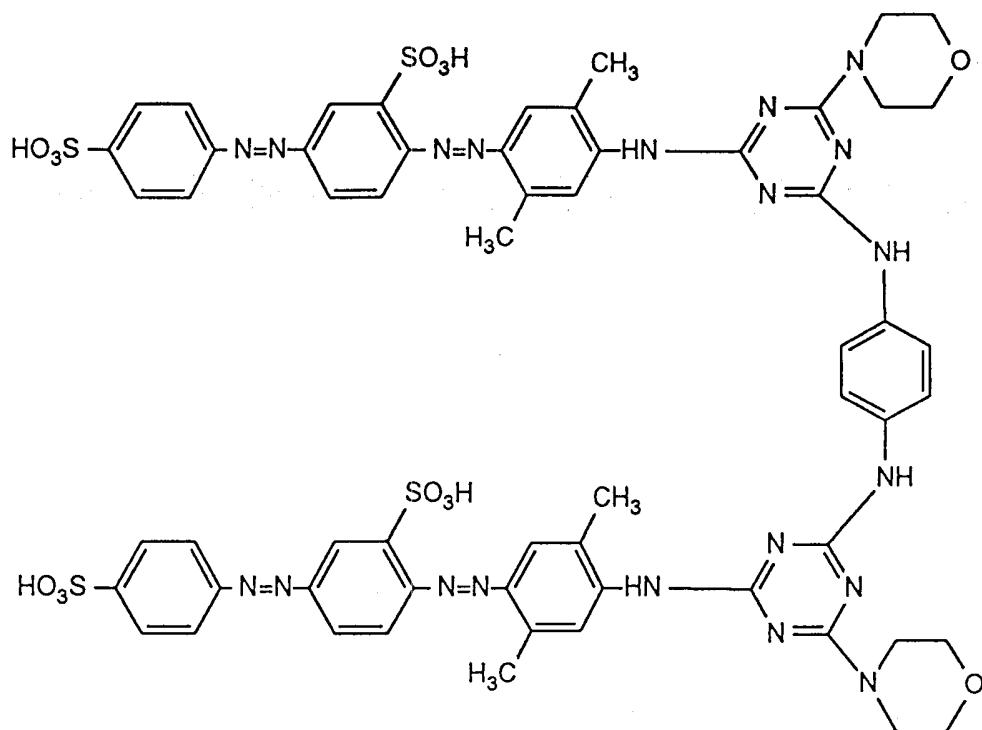
Pokud se použije místo 2,5-dimethylanilinu ekvivalentní množství 2-methoxy-5-methylanilinu, 2,5-dimethoxyanilinu nebo 2-methoxy-5-acetylaminooanilinu, získají se analogické diazosloučeniny.

Příklad 37

1,9 g kyanurchloridu se rozpustí v malém množství acetonu a vylije na led. Takto získaná jemná suspenze kyanurchloridu se vnese do roztoku 5,0 g sloučeniny vzorce 13, vyrobené podle příkladu 36, ve 200 ml vody. Reakční složky se podrobí kondenzaci za teploty od 0 do 5 °C a udržování konstantní hodnoty pH 4,5 přidáváním roztoku hydroxidu sodného.

K získanému kondenzátu dichlortriazinu (přezkoušeno vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií) se nakonec přidá vodný roztok, který obsahuje 0,55 g 1,4-fenylendiaminu a reakční složky se nechají kondenzovat za teploty místnosti a hodnoty pH 7.

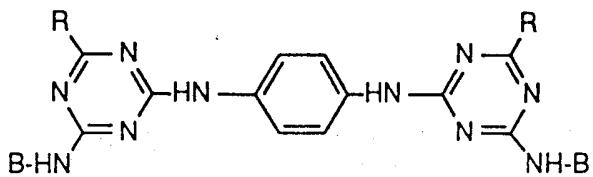
Poté se provede třetí kondenzace s 1,74 g morfolinu za teploty zhruba 80 °C, která trvá přibližně 3 hodiny. Nato se vysolením izoluje barvivo, které odpovídá ve formě volné kyseliny vzorci



Získá se hnědý prášek, který vybarvuje bavlnu oranžovo hnědým odstínem s obecně dobrou stálostí.

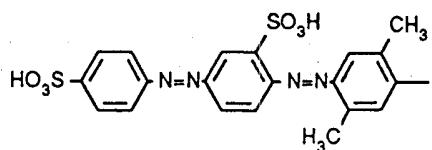
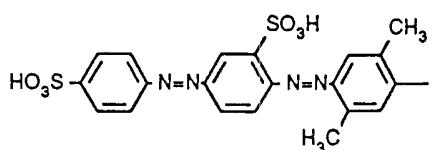
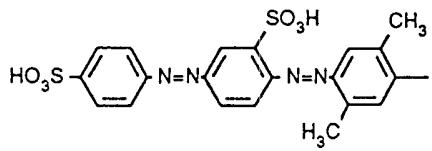
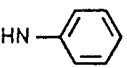
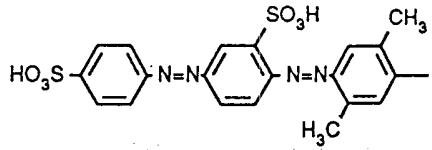
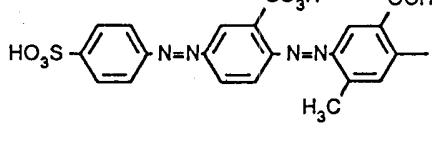
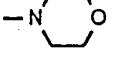
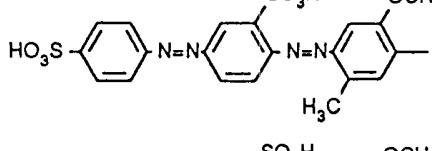
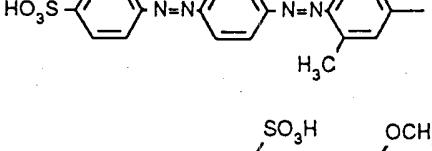
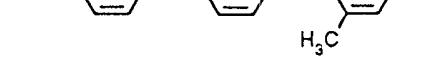
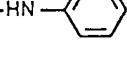
Příklady 38 až 51

Obdobně jako je popsáno v příkladě 37 se dají vyrobit barviva obecného vzorce



která jsou uvedena v tabulce 3. Tato barviva vybarvují celulózové materiály v uvedených barevných odstínech s dobrou obecnou stálostí.

Tabulka 3

Příklad	B	R	Odstín na bavlně
38		-N(CH ₂ CH ₂ OH) ₂	hnědo okrový
39		-NH-CH ₂ -COOH	hnědo okrový
40		-HN- 	hnědo okrový
41		-NH-CH ₂ -CH ₂ -OH	hnědo okrový
42		-N 	červeno hnědý
43		-N(CH ₂ CH ₂ OH) ₂	červeno hnědý
44		-NH-CH ₂ -CH ₂ -OH	červeno hnědý
45		-HN- 	červeno hnědý

Tabulka 3 - pokračování

Přípravklad	B	R	Odstín na bavlně
46		$-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$	červeno hnědý /bordo
47		$-\text{NH}-\text{CH}_2\text{-COOH}$	červeno hnědý /bordo
48		$-\text{HN}-\text{C}_6\text{H}_4\text{-CH}_3$	červeno hnědý /bordo
49		$-\text{NH}-\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$	červeno hnědý /bordo
50		$-\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$	červeno hnědý /bordo
51		$-\text{NH}-\text{CH}_2\text{-COOH}$	červeno hnědý

Barvící předpis 1

10 dílů bavlněné tkaniny (bělené nebo mercerované) se vnese při teplotě přibližně 30 °C do barvící lázně, která obsahuje 200 dílů vody a 0,35 dílů barviva z příkladu 3. Barvící lázeň se během 30 minut zahřeje na teplotu 95 °C a ponechá při této teplotě po dobu 15 minut. Poté se do lázně přidají 4 díly síranu sodného a barvení se provádí ještě dalších 45 minut za teploty 95 °C. Poté se barvící lázeň během 15 minut ochladí na teplotu 80 °C a při této teplotě se udržuje ještě 15 minut. Vybarvený materiál se potom důkladně promyje studenou vodou a vysuší.

Barvící předpis 2

10 dílů smíšených vláken z polyesteru a bavlny se vnese při teplotě přibližně 50 °C do barvící lázně, která obsahuje 200 dílů vody a směs barviv, sestávající z 0,2 dílu C. I. Disperse Yellow 99, 0,2 dílu C. I. Disperse Blue 60, 0,2 dílu C. I. Direct Blue 199 a 0,2 dílu barviva podle příkladu 3, stejně jako 0,4 dílu síranu amonného a 0,2 dílu aniontového dispergačního prostředku (například kondenzačního prostředku kyseliny naftalensulfonové s formaldehydem). Barvící lázeň se upraví kyselinou mravenčí na hodnotu pH 5,5, přidá se 1 díl síranu sodného a poté se barvící lázeň zahřeje během 45 minut na teplotu 130 °C. Dále se provádí vybarvování za teploty 130 °C po dobu 45 minut. Poté se barvící lázeň během 30 minut ochladí na teplotu 80 °C a při této teplotě dále udržuje po dobu 45 minut. Vybarvený materiál se potom důkladně propere studenou vodou a vysuší.

Barvící předpis 3

Postupuje se jak je popsáno v barvicím předpise 1 nebo 2, avšak po ukončení barvícího procesu se studený vybarvený

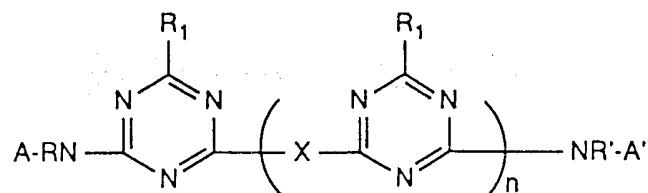
materiál, který byl proprán, vnese do čerstvé lázně o teplotě přibližně 30 °C, která obsahuje 200 dílů vody a 0,2 až 0,6 dílu kationtového prostředku pro konečnou úpravu (kondenzačního produktu aminu, formaldehydu a dikyandiamidu nebo prostředku na bázi dikyandiamidu a diethylentriaminu). Dodatečné zpracování vybarveného materiálu se provádí za teploty 30 °C po dobu 30 minut a poté se materiál bez dalšího propírání vysuší. Získá se tak vybarvený materál se zlepšenou stálostí proti vlhkosti.

Barvící předpis 4

Postupuje se jak je popsáno v barvicím předpise 1 nebo 2, avšak po ukončení barvícího procesu se studený vybarvený materiál, který byl proprán, vnese do čerstvé lázně o teplotě přibližně 25 °C, která obsahuje 200 dílů vody, 1 díl síranu sodného a 0,6 dílu reaktivního kationtového prostředku pro konečnou úpravu vláken na bázi N-methyldialkylaminu a epichlorhydrinu. Teplota se zvýší během 15 minut na 40 °C, poté přidá 0,8 dílu 30% roztoku hydroxidu sodného a vybarvený materiál se udržuje po dobu 45 minut za teploty 40 °C. Vybarvený materiál se nakonec propláchne za horka a vysuší. Takto upravený vybarvený materiál vykazuje zlepšenou stálost proti vlhkosti.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

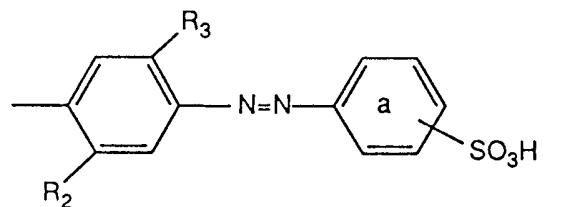
1. Sloučenina obecného vzorce 1



PRIL.	A OBJEVY	PRO VÝNALEZY
URAD	URAD	URAD
07 XI 91	DOSUD	051622
(1),	(2)	

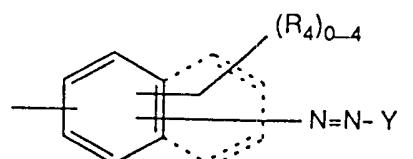
ve kterém

A představuje zbytek obecného vzorce 2



(2)

A' má význam zbytku A nebo představuje zbytek obecného vzorce 3



(3)

R a R' představují nezávisle na sobě atom vodíku nebo alkyllovou skupinu s 1 až 4 atomy uhliku, která je popřípadě substituována,

R₁ znamená hydroxyskupinu, alkoxykskupinu s 1 až 4 atomy uhliku, atom chloru, atom bromu, alkylthioskupinu s 1 až 4 atomy uhliku, aminoskupinu, N-monoalkylaminoskupinu nebo N,N-dialkylaminoskupinu vždy s 1 až 4 atomy uhliku v každé alkylové části, která není substituována nebo je substituována v alkylové části hydroxyskupinou, sulfoskupinou, karboxyskupinou nebo alkoxykskupinou s 1 až 4 atomy uhliku, dále znamená cyklohexylaminoskupinu, fenylaminoskupinu nebo N-alkyl-N-fenylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhliku v alkylové části, které nejsou substituovány nebo jsou substituovány ve fenylové části alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxykskupinou s 1 až 4 atomy uhliku, karboxyskupinou, sulfoskupinou a/nebo atomem halogenu, nebo znamená morfolinoskupinu, 3-karboxy-1-pyridylovou skupinu nebo 3-karbamoyl-1-pyridylovou skupinu,

X představuje můstkový člen,

n představuje číslo nula nebo 1,

R₂ a R₃ znamenají nezávisle na sobě alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxykskupinu s 1 až 4 atomy uhliku, sulfoskupinu, atom chloru, hydroxyskupinu, karboxyskupinu nebo alkanoylaminoskupinu se 2 až 4 atomy uhliku, která není substituována nebo je substituována v alkylové části hydroxyskupinou,

fenylový zbytek a)

je popřípadě dále substituována,

(R₄)₀₋₄ představuje 0 až 4 stejné nebo rozdílné zbytky, které jsou zvoleny ze souboru zahrnujícího alkylovou

skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxykskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, sulfoskupinu, atom chloru, karboxyskupinu a hydroxyskupinu a

Y představuje popřípadě dále substituovaný fenylový zbytek nebo zbytek 1-fenyl-5-pyrazolonu nebo 6-hydroxy-2-pyridonu.

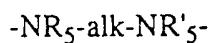
2. Sloučeniny podle nároku 1, kde R a R' znamenají vždy atom vodíku.

3. Sloučeniny podle nároku 1 nebo 2, kde R₁ představuje hydroxyskupinu, alkoxykskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkylthioskupinu s 1 nebo 2 atomy uhlíku, aminoskupinu, N-monoalkylaminoskupinu nebo N,N-dialkylaminoskupinu vždy s 1 až 4 atomy uhlíku v každé alkylové části, které nejsou substituovány nebo jsou substituovány v alkylové části hydroxyskupinou, karboxyskupinou, sulfoskupinou, methoxyskupinou nebo ethoxyskupinou, dále znamená fenyłaminoskupinu nebo N-alkyl-N-fenyłaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylové části, které nejsou substituovány nebo jsou substituovány ve fenylové části methylovou skupinou, methoxyskupinou, atomem chloru, karboxyskupinou a/nebo sulfoskupinou nebo znamená morfolinoskupinu.

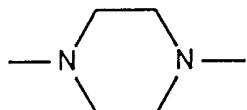
4. Sloučeniny podle jednoho z nároků 1 až 3, kde R₁ znamená N-monoalkylaminoskupinu nebo N,N-dialkylaminoskupinu vždy s 1 nebo 2 atomy uhlíku v každé alkylové části, které nejsou substituovány nebo jsou substituovány v alkylové části hydroxyskupinou, karboxyskupinou nebo methoxyskupinou nebo znamená morfolinoskupinu, ethylthioskupinu, fenyłaminoskupinu, o-sulfofenyłaminoskupinu, m-sulfofenyłaminoskupinu nebo p-sulfofenyłaminoskupinu.

5. Sloučeniny podle jednoho z nároků 1 až 4, kde R₁ znamená N-β-hydroxyethylaminoskupinu, N,N-di-β-hydroxyethylaminoskupinu nebo morfolinoskupinu.

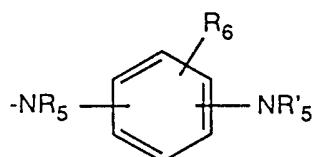
6. Sloučeniny podle jednoho z nároků 1 až 5, kde n znamená číslo 1 a X znamená můstkový člen obecného vzorce 4a až 4e



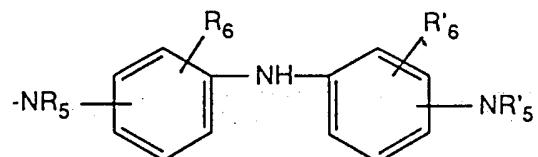
(4a),



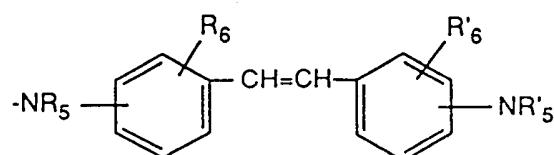
(4b),



(4c),



(4d) nebo



(4e),

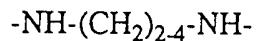
v kterýchžto vzorcích

R₅ a R'₅ znamenají nezávisle na sobě atom vodíku nebo popřípadě substituovanou alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,

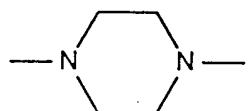
R_6 a R'_6 znamenají nezávisle na sobě atom vodíku, sulfoskupinu, methylovou skupinu, methoxyskupinu nebo atom chloru a

alk znamená alkylenový zbytek obsahující 1 až 6 atomů uhlíku.

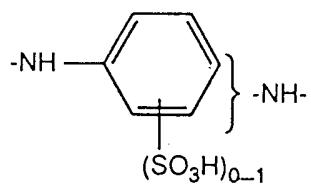
7. Sloučeniny podle jednoho z nároků 1 až 6, kde n znamená číslo 1 a X znamená můstkový člen obecného vzorce 4a' až 4e'



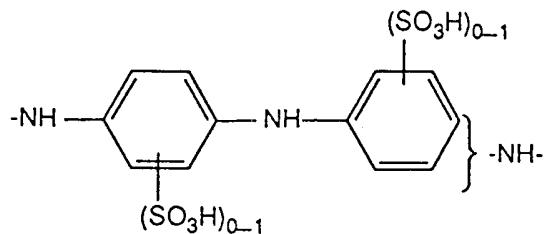
(4a'),



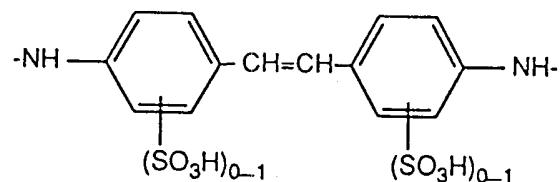
(4b),



(4c'),



(4d') nebo



(4e').

8. Sloučeniny podle jednoho z nároků 1 až 5, kde n představuje číslo nula.

9. Sloučeniny podle jednoho z nároků 1 až 8, kde R₂ a R₃ představují nezávisle na sobě methylovou skupinu, ethylovou skupinu, methoxyskupinu, ethoxyskupinu, sulfoskupinu, hydroxyskupinu, atom chloru, karboxyskupinu, acetylaminoskupinu, propionylaminoskupinu nebo hydroxyacetylaminoskupinu.

10. Sloučeniny podle jednoho z nároků 1 až 9, kde R₂ a R₃ jsou navzájem nezávislé a představují methylovou skupinu, methoxyskupinu, sulfoskupinu nebo acetylaminoskupinu.

11. Sloučeniny podle jednoho z nároků 1 až 10, kde R₂ představuje methoxyskupinu a R₃ znamená methylovou skupinu.

12. Sloučeniny podle jednoho z nároků 1 až 11, kde fenylový zbytek a) je nesubstituovaný nebo je dále substituován alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxyskupinou s 1 až 4 atomy uhliku, atomem halogenu, hydroxyskupinou, karboxyskupinou, sulfoskupinou, nesubstituovanou nebo hydroxyskupinou substituovanou alkanoylaminoskupinou se 2 až 4 atomy uhliku nebo arylazoskupinou.

13. Sloučeniny podle jednoho z nároků 1 až 12, kde fenylový zbytek a) je nesubstituovaný nebo je dále substituován alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxyskupinou s 1 až 4 atomy uhliku, atomem chloru, hydroxyskupinou, karboxyskupinou, alkanoylaminoskupinou se 2 nebo 3 atomy uhliku a/nebo fenylazoskupinou, která není

substituována nebo je substituována sulfoskupinou, methylovou skupinou, methoxyskupinou a/nebo atomem chloru.

14. Sloučeniny podle jednoho z nároků 1 až 13, kde fenylový zbytek a) je nesubstituován nebo je dále substituován methylovou skupinou, methoxyskupinou, acetylaminoskupinou nebo atomem chloru.

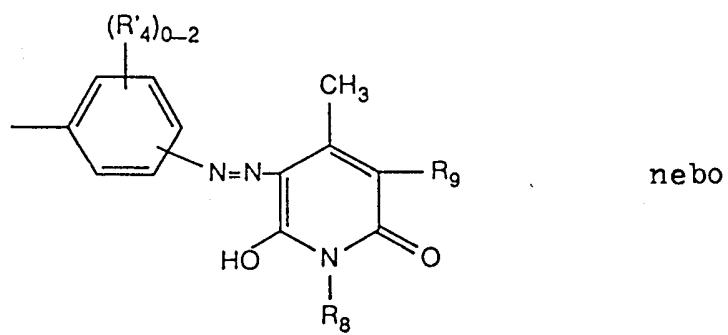
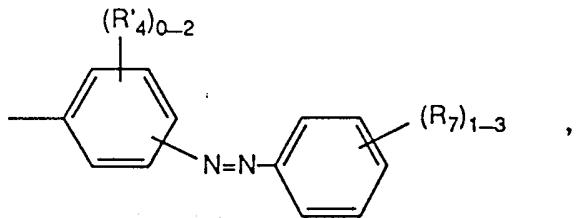
15. Sloučeniny podle jednoho z nároků 1 až 14, kde A a A' a R a R' jsou vždy stejné.

16. Sloučeniny podle jednoho z nároků 1 až 14, kde $(R_4)_0-4$ představuje 0 až 4 stejné nebo rozdílné zbytky, které jsou zvoleny ze souboru zahrnujícího methylovou skupinu, methoxyskupinu, atom chloru, hydroxyskupinu, karboxyskupinu a sulfoskupinu.

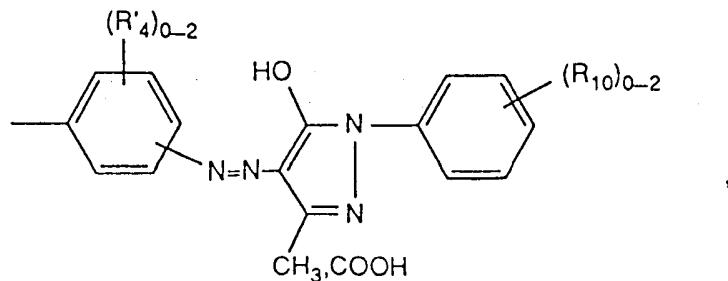
17. Sloučeniny podle jednoho z nároků 1 až 14 nebo 16, kde zbytek Y není substituován nebo je substituován alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxyskupinou s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxyalkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhliku jak v alkylové, tak v alkoxylové části, popřípadě hydroxyskupinou substituovanou alkanoylaminoskupinou se 2 až 4 atomy uhliku, benzoylaminoskupinou, aminoskupinou, N-mono-alkylaminoskupinou nebo N,N-dialkylaminoskupinou vždy s 1 až 4 atomy uhliku v každé alkylové části, které jsou nesubstituovány nebo jsou substituovány v alkylové části hydroxyskupinou, skupinou vzorce $-\text{OCOCH}_3$, $-\text{OSO}_3\text{H}$, kyanoskupinou nebo atomem halogenu, dále fenyelaminoskupinou, monosulfobenzylaminoskupinou nebo disulfobenzylaminoskupinou, alkoxykarbonylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhliku v alkoxylové části, alkylsulfonylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhliku, fenylsulfonyloxyskupinou, trifluormethylovou skupinou, nitroskupinou, kyanoskupinou, atomem halogenu,

karbamoylovou skupinou, N-monoalkylkarbamoylovou skupinou nebo N,N-dialkylkarbamoylovou skupinou vždy s 1 až 4 atomy uhlíku v každé alkylové části, sulfamoylovou skupinou, N-monoalkylsulfamoylovou skupinou nebo N,N-di-alkylsulfamoylovou skupinou vždy s 1 až 4 atomy uhlíku v každé alkylové části, N-(β -hydroxyethyl)sulfamoylovou skupinou, N,N-di-(β -hydroxyethyl)sulfamoylovou skupinou, N-fenylsulfamoylovou skupinou, hydroxyskupinou, karboxyskupinou, sulfoskupinou, sulfomethylovou skupinou, ureidoskupinou a/nebo fenylazoskupinou, která není substituována nebo je substituována sulfoskupinou, alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxyskupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, hydroxyskupinou a/nebo atomem halogenu.

18. Sloučeniny podle jednoho z nároků 1 až 14, 16 nebo 17, kde A' je zbytek odlišný od A obecného vzorce



nebo



ve kterýchžto vzorcích

$(R_4)_{0-2}$ představuje 0 až 2 stejné nebo rozdílné zbytky, které jsou zvoleny ze souboru zahrnujícího methylovou skupinu, methoxyskupinu, sulfoskupinu, atom chloru, hydroxyskupinu a karboxyskupinu,

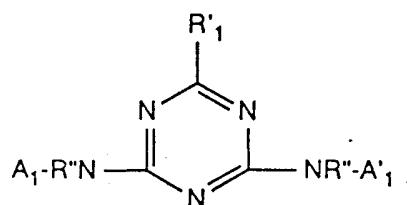
$(R_7)_{1-3}$ představuje 1 až 3 stejné nebo rozdílné substituenty, které jsou zvoleny ze souboru zahrnujícího sulfoskupinu, methylovou skupinu, methoxyskupinu, atom chloru, hydroxyskupinu, karboxyskupinu, o-sulfofenylazoskupinu, m-sulfofenylazoskupinu nebo p-sulfofenylazoskupinu,

R_8 znamená atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhliku nebo alkoxyalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhliku jak v alkylové, tak alkoxylové části,

R_9 představuje sulfomethylovou skupinu, kyanoskupinu nebo karbamoylovou skupinu a

$(R_{10})_{0-2}$ představuje 0 až 2 stejné nebo rozdílné substituenty, které jsou zvoleny ze souboru zahrnujícího methylovou skupinu, methoxyskupinu, sulfoskupinu, hydroxyskupinu, aminoskupinu, acetylaminoskupinu a hydroxyacetylaminoskupinu.

19. Sloučeniny podle nároku 1 obecného vzorce 1a



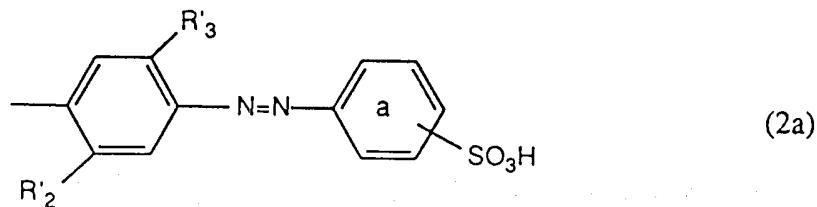
(1a),

ve kterém

R'' představuje atom vodíku, methylovou skupinu nebo ethylovou skupinu,

R'₁ znamená hydroxyskupinu, alkoxykskupinu s 1 až 3 atomy uhliku, alkylthioskupinu s 1 nebo 2 atomy uhliku, aminoskupinu, N-monoalkylaminoskupinu nebo N,N-dialkylaminoskupinu vždy s 1 až 4 atomy uhliku v každé alkylové části, která není substituována nebo je substituována v alkylové části hydroxyskupinou, karboxyskupinou, sulfoskupinou, methoxyskupinou nebo ethoxyskupinou, dále znamená fenylaminoskupinu nebo N-alkyl-N-fenylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhliku v alkylové části, které nejsou substituovány nebo jsou substituovány ve fenylové části methoxyskupinou, methylovou skupinou, atomem chloru, karboxyskupinou a/nebo sulfoskupinou, nebo znamená morfolinoskupinu,

A₁ znamená zbytek obecného vzorce 2a

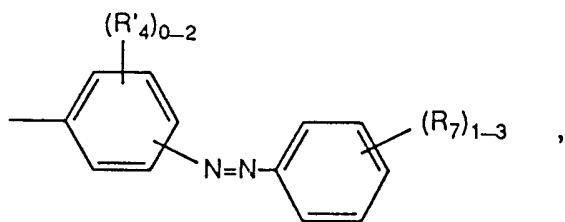


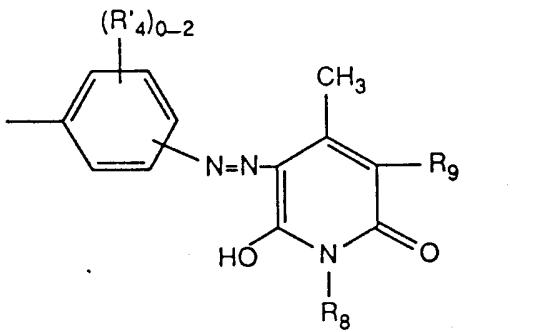
ve kterém

R'_2 a R'_3 znamenají nezávisle na sobě methylovou skupinu, ethylovou skupinu, methoxyskupinu, ethoxyskupinu, sulfoskupinu, hydroxyskupinu, atom chloru, karboxyskupinu, acetylaminoskupinu, propionylaminoskupinu nebo hydroxyacetylaminoskupinu a

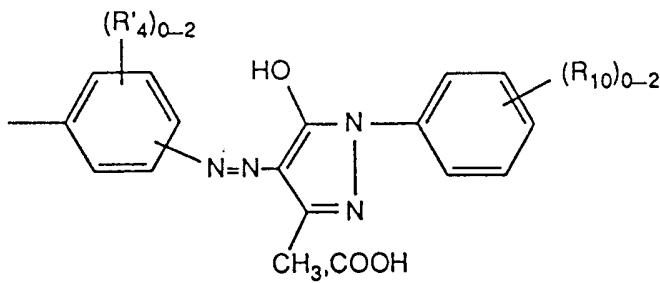
fenylový zbytek a) není nesubstituován nebo je dále substituován alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxyskupinou s 1 až 4 atomy uhliku, atomem halogenu, hydroxyskupinou, karboxyskupinou, sulfoskupinou nebo alkanoylaminoskupinou se 2 až 4 atomy uhliku, které není substituována nebo je substituována hydroxyskupinou a/nebo arylazoskupinou a

A'_1 má význam substituentu A_1 nebo představuje jeden ze zbytků obecných vzorců





nebo

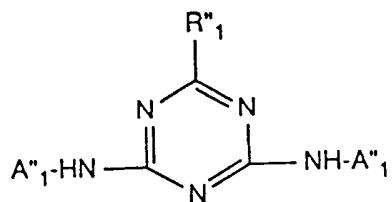


ve kterém

$(R'4)_{0-2}$, $(R_7)_{1-3}$, R_8 , R_9 a $(R_{10})_{0-2}$
mají významy uvedené v nároku 18.

20. Sloučeniny podle nároku 19, kde zbytky A_1 a A'_1
jsou shodné.

21. Sloučeniny podle nároku 1 obecného vzorce 1b



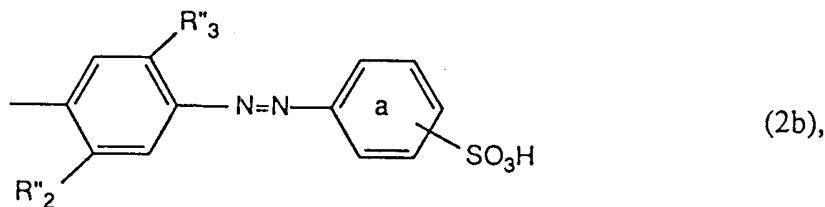
(1b),

ve kterém

R''_1 znamená N-monoalkylaminoskupinu nebo
N,N-dialkylaminoskupinu vždy s 1 nebo 2 atomy uhliku
v každé alkylové části, které nejsou substituovány

nebo jsou substituovány v alkylové části karboxyskupinou, hydroxyskupinou nebo methoxyskupinou, morfolinoskupinu, ethylthioskupinu, fenylaminoskupinu, o-sulfofenylaminoskupinu, m-sulfofenylaminoskupinu nebo p-sulfofenylaminoskupinu a

A''_1 znamená zbytek obecného vzorce 2b

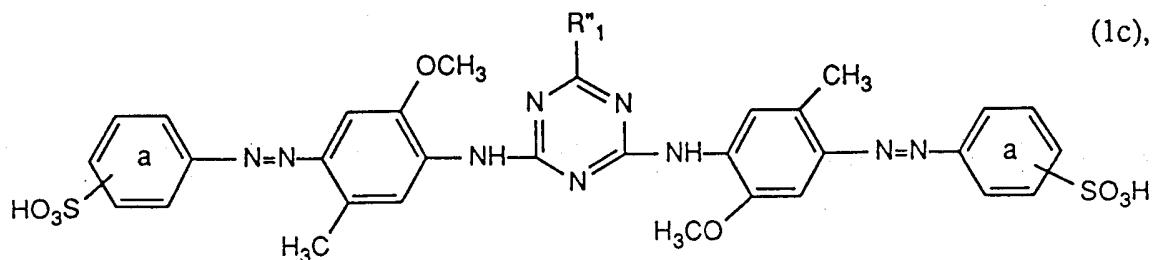


ve kterém

R''_2 a R''_3 znamenají nezávisle na sobě methylovou skupinu, methoxyskupinu, sulfoskupinu nebo acetylaminoskupinu a

fenylový zbytek a) není nesubstituován nebo je dále substituován alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhliku, alkoxyskupinou s 1 až 4 atomy uhliku, atomem chloru, hydroxyskupinou, karboxyskupinou, alkanoylamino-skupinou se 2 nebo 3 atomy uhliku a/nebo fenylazoskupinou, která není substituována nebo je substituována sulfoskupinou, methylovou skupinou, methoxyskupinou a/nebo atomem chloru.

22. Sloučeniny podle nároku 1 obecného vzorce 1c

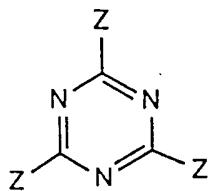


ve kterém

R''_1 znamená $N-\beta$ -hydroxyethylaminoskupinu, N,N -di- β -hydroxyethylaminoskupinu nebo morfolinoskupinu a

fenylový zbytek není substituován nebo je dále substituován methylovou skupinou, methoxyskupinou, acetylaminoskupinou nebo atomem chloru.

23. Způsob výroby sloučenin obecného vzorce 1, ve kterém n představuje číslo nula, podle nároku 1, vyznačující se tím, že se sloučenina obecného vzorce 5



(5)

ve kterém

Z představuje atom halogenu, s výhodou atom chloru,

nechá postupně, v libovolném pořadí reagovat se sloučeninou

obecného vzorce 6

A - NHR

(6)

ve kterém

A a R mají významy uvedené v nároku 1,

se sloučeninou obecného vzorce 7

A' - NHR'

(7)

ve kterém

A' a R' mají významy uvedené v nároku 1,

a se sloučeninou obecného vzorce 8

R₁ - H

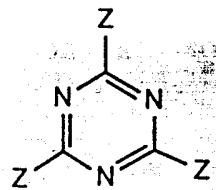
(8)

ve kterém

R₁ má význam uvedený v nároku 1.

24. Způsob výroby sloučenin obecného vzorce 1, ve kterém n představuje číslo 1, podle nároku 1, vyznačující se tím, že

a) nezávisle na sobě se nechá reagovat sloučenina obecného vzorce 5



(5)

ve kterém

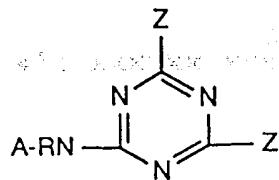
Z představuje atom halogenu, s výhodou atom chloru,
se sloučeninou obecného vzorce 6

A - NHR

(6)

ve kterém

A a R mají významy uvedené v nároku 1,
za vzniku sloučeniny obecného vzorce 9



(9)

ve kterém

A, R a Z mají významy uvedené v nároku 1,
a další podíl sloučeniny obecného vzorce 5 se nechá reagovat

se sloučeninou obecného vzorce 7

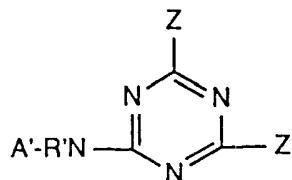
$A' - NHR'$

(7)

ve kterém

A' a R' mají významy uvedené v nároku 1,

za vzniku sloučeniny obecného vzorce 9a



(9a)

ve kterém

A' , R' a Z mají významy uvedené v nároku 1,

b) sloučenina obecného vzorce 10

$H - X - H$

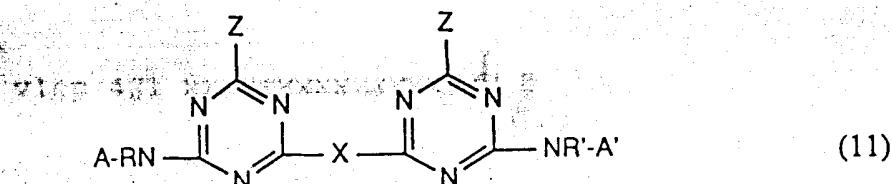
(10)

ve kterém

X má význam uvedený v nároku 1,

se nechá reagovat postupně v libovolném pořadí se sloučeninami obecného vzorce 9 a 9a, které se získaly podle kroku a) a

c) sloučenina získaná v kroku b), obecného vzorce 11



ve kterém

A, A', R, R' a Z mají významy uvedené v nároku 1,

se nechá reagovat se sloučeninou obecného vzorce 8



ve kterém

R_1 má význam uvedený v nároku 1.

25. Použití barviva podle jednoho z nároků 1 až 22 k vybarvování a potiskování vláknitých materiálů, které obsahují dusík, zvláště celulózových vláknitých materiálů.

26. Použití podle nároku 25, vyznacující se tím, že se vybarvují smíšená vlákna ze syntetických vláken a celulózové vláknité materiály, zvláště směsné tkaniny z polyesteru a bavlny, v přítomnosti disperzního barviva pro polyesterová vlákna za podmínek pro vybarvování polyesterových vláken.

27. Způsob vybarvování směsných tkanin z polyesteru a bavlny disperzními nebo přímými barvivy,

vyznačující se tím, že se použije jednostupňového způsobu v jediné lázni, která vedle disperzního barviva obsahuje barvivo obecného vzorce 1 podle nároku 1 a barví se vodnou barvící lázní za teploty v rozmezí od 100 do 150 °C, s výhodou za teploty od 120 do 130 °C a při hodnotě pH od 4 do 7,5.