



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Int. Cl.³: C 09 B 29/30
D 06 P 3/32

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



PATENTSCHRIFT A5

11

617 449

21) Gesuchsnummer: 11457/75

73) Inhaber:
Sandoz AG, Basel

22) Anmeldungsdatum: 03.09.1975

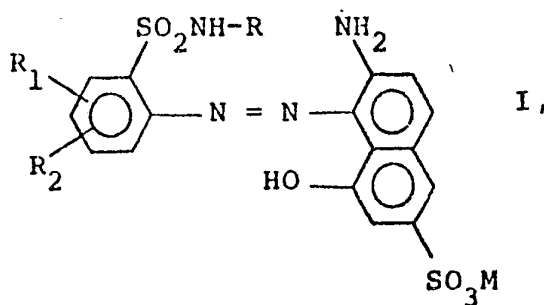
24) Patent erteilt: 30.05.1980

45) Patentschrift
veröffentlicht: 30.05.1980

72) Erfinder:
Karl Grieder, Pratteln

54) Verfahren zur Herstellung von Monoazoverbindungen.

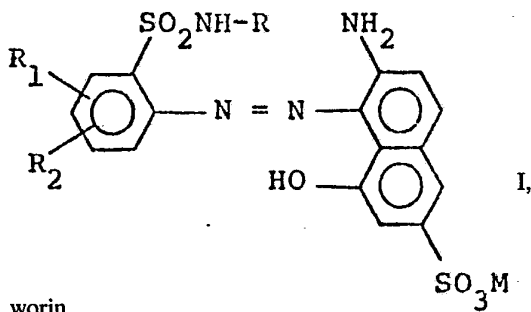
57) Neue Monoazoverbindungen, welche der Formel



entsprechen, worin die Variablen R, R₁, R₂ und M die in Patentanspruch I angegebene Bedeutung haben, werden durch übliche Kupplungsreaktion in saurem bis neutralem Medium erhalten. Sie finden als Farbstoffe Verwendung zum Färben und Bedrucken von mit anionischen Farbstoffen anfärbbaren, stickstoffhaltigen organischen Substraten, insbesondere zum Färben und Bedrucken von natürlichen und synthetischen Polyamiden, basisch modifizierten Polyolefinen, Polyurethanen oder von Leder.

PATENTANSPRÜCHE

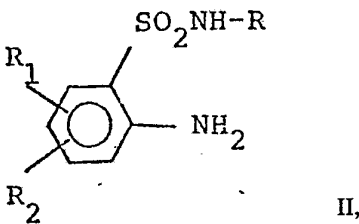
1. Verfahren zur Herstellung von Monoazoverbindungen der Formel



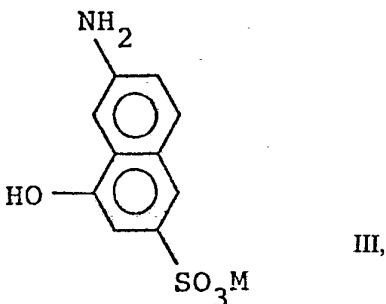
worin

R_1 und R_2 jeweils Wasserstoff oder einen Substituenten, R einen linearen oder verzweigten Alkylrest, der gegebenenfalls ein-, zwei- oder dreimal durch ein Sauerstoffatom unterbrochen und/oder durch Hydroxy substituiert ist, enthaltend insgesamt 1 bis 12 Kohlenstoffatome und

M Wasserstoff oder das Äquivalent eines farblosen Kations bedeuten, die Anzahl der im Molekül für R , R_1 und R_2 vorhandenen Kohlenstoffatome zusammen 4 bis 12 beträgt und das Molekül eine einzige Sulfonsäuregruppe und auch nur eine Sulfonsäureamidgruppierung enthält und frei von Carboxylgruppen ist, und Gemischen von Verbindungen der Formel I, dadurch gekennzeichnet, dass man die Diazoniumverbindung eines oder mehrerer Amine der Formel



mit einer Verbindung der Formel

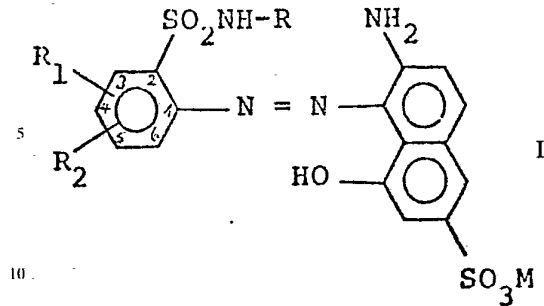


in saurem bis neutralem Medium kuppelt.

2. Die nach dem Verfahren gemäss Patentanspruch 1 hergestellten Monoazoverbindungen.

3. Verwendung der Monoazoverbindungen gemäss Patentanspruch 2 oder Gemischen davon zum Färben von Leder.

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Verbindungen der Formel



worin

R_1 und R_2 jeweils Wasserstoff oder einen Substituenten, R einen linearen oder verzweigten Alkylrest, der gegebenenfalls ein-, zwei- oder dreimal durch ein Sauerstoffatom unterbrochen und/oder durch Hydroxy substituiert ist, enthaltend insgesamt 1 bis 12 Kohlenstoffatome und

M Wasserstoff oder das Äquivalent eines farblosen Kations bedeuten, die Anzahl der im Molekül für R , R_1 und R_2 vorhandenen Kohlenstoffatome zusammen 4 bis 12 beträgt und das Molekül eine einzige Sulfonsäuregruppe und auch nur eine Sulfonsäuregruppierung enthält und frei von Carboxylgruppen ist, die nach dem Verfahren hergestellten Verbindungen der Formel I oder Gemische davon sowie deren Verwendung als

Farbstoffe.

Aus der deutschen Patentschrift 702.932 sind bereits Monoazoverbindungen mit einem 1-Aminobenzol-2-sulfonsäureamid als Diazokomponente und 2-Amino-8-hydroxynaphthalin-6-sulfonsäure als Kupplungskomponente bekannt. Die offenbarten Verbindungen enthalten hauptsächlich einen durch aromatische und/oder aliphatische Gruppen am N-Atom disubstituierten Sulfonsäureamidrest; entsprechende monosubstituierte Reste tragen einen aromatischen oder cycloaliphatischen Rest, nicht jedoch einen aliphatischen Rest. Die französische Patentschrift 971.104 hat ebenfalls Monoazoverbindungen mit einem Aminobenzolsulfonsäureamid als Diazokomponente, deren Amidgruppe monosubstituiert ist durch einen (8-18C) Alkylrest, zum Gegenstand. Die mit 2-Amino-8-hydroxynaphthalin-6-sulfonsäure als Kupplungskomponente offenbarte Verbindung trägt die Sulfonamidgruppe in der anilinschen Diazokomponente jedoch in 3-Stellung zur Azogruppe.

R in der Bedeutung eines (1-12C) Alkylrestes enthält vorzugsweise 4 bis 12, insbesondere 6 bis 12 und ganz besonders bevorzugt 6 bis 10 Kohlenstoffatome. Er kann als Rest $(CH_2)_n - CH_3$ mit $n = 0$ bis 11, vorzugsweise 5 bis 9, oder als verzweigter Rest vorliegen, wobei bevorzugt ein mittelständiges Kohlenstoffatom und insbesondere das β -ständige Kohlenstoffatom die Verzweigungsstelle bildet.

Ist die Kohlenstoffkette des Restes R durch mehr als ein Sauerstoffatom unterbrochen, so befinden sich zwischen 2 Sauerstoffatomen mindestens 2 und vorzugsweise 2 oder 3 Kohlenstoffatome.

Ist der Rest R durch Hydroxy substituiert, so kann sich dieses sowohl in linearer als auch verzweigter Kette an einem α -, mittel- oder endständigen Kohlenstoffatom befinden. Enthält der Rest R Äthergruppen, so trägt bevorzugt das endständige Kohlenstoffatom eine Hydroxygruppe, welche durch mindestens 2 Kohlenstoffatome vom Äthersauerstoffatom getrennt ist. Insbesondere bevorzugt liegt R als nicht weitersubstituierter linearer oder verzweigter Alkylrest vor.

Als Substituenten R_1 und R_2 kommen beispielsweise Halogen wie Fluor, Chlor oder Brom, (1-6C) Alkylreste wie Methyl, Äthyl, n-Butyl, tert.-Butyl oder tert.-Amyl oder auch cycloaliphatische Reste mit bis zu 6 Kohlenstoffatomen wie Cyclohexyl, (1-4C) Alkoxygruppen wie Methoxy, Äthoxy oder Butoxy, die Aminogruppe, Mono- oder Dialkylaminogruppe, deren Alkylreste 1 bis 4 Kohlenstoffatome enthalten und gegebenenfalls

substituiert sind beispielsweise durch Hydroxy oder Cyan; ein Acylaminorest der Formel -NH-COR_3 , worin R_3 (1-4C) Alkyl, Phenyl, Benzyl, (1-4C) Alkoxy oder Phenoxy bedeutet, oder ein Carbonsäureesterrest der Formel -COOR_4 , worin R_4 für (1-4C) Alkyl, Phenyl oder Benzyl steht, in Betracht.

Enthält der Phenylrest in Verbindungen der Formel I einen weiteren Substituenten R_1 bzw. R_2 , so kann sich dieser in allen noch offenen Positionen 3 bis 6 befinden, bevorzugt ist er jedoch in Position 4 oder 5 gebunden.

Steht sowohl R_1 als auch R_2 für einen Rest ungleich Wasserstoff und trägt der Phenylrest somit 2 weitere Substituenten, wie beispielsweise 2 Methyl, 2 Chlor, Methyl/Chlor, Chlor/Methoxy oder Chlor/Äthoxy, so befinden sich diese bevorzugt in 4,5-Stellung.

Vorzugsweise stehen R_1 und R_2 in der Bedeutung von R_1' und R_2' , wobei R_1' und R_2' jeweils unabhängig voneinander für Chlor, Methyl, Methoxy oder Äthoxy oder auch R_1' für Wasserstoff und R_2' für Wasserstoff, Nitro, Chlor, Brom, (1-6C) Alkyl, (1-4C) Alkoxy, $\text{-NH-COR}_4'$ mit R_4' in der Bedeutung von (1-4C) Alkyl oder (1-4C) Alkoxy, für den β -Hydroxyäthylamino- oder β -Cyanäthylaminorest oder für den Rest $\text{-COOR}_4'$ mit R_4' in der Bedeutung von (1-4C) Alkyl stehen.

Insbesondere bevorzugt stehen R_1 für Wasserstoff und R_2 in der Bedeutung von R_2'' für Wasserstoff, Chlor oder Brom, (1-4C) Alkyl oder (1-4C) Alkoxy, Acetylamino, β -Hydroxyäthylamino oder β -Cyanäthylamino in Position 4 oder 5.

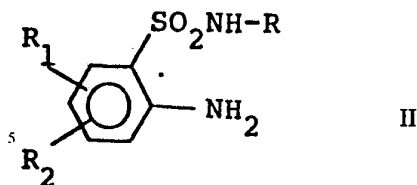
Vorzugsweise stehen R_1 für R_1' und insbesondere bevorzugt für Wasserstoff, R_2 für R_2' und insbesondere bevorzugt für R_2'' und R für einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 4 bis 12 insbesondere bevorzugt 6 bis 10 Kohlenstoffatomen, wobei die Gesamtzahl an Kohlenstoffatomen für R_1 , R_2 und R 6 bis 12 beträgt.

Besonders bevorzugt sind Verbindungen der Formel I, in denen der Phenylrest nicht weitersubstituiert ist, d.h. worin $\text{R}_1 = \text{R}_2 = \text{Wasserstoff}$ ist und R einen linearen oder verzweigten (6-12C) Alkylrest bedeutet.

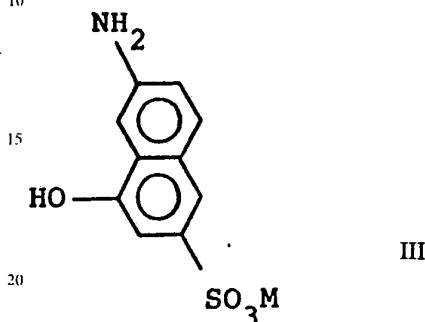
Durch die vorliegende Erfindung werden auch Gemische von Verbindungen der Formel I erfasst, die beispielsweise hinsichtlich des Restes R sowohl isomere Alkylreste gleicher Kohlenstoffatomzahl als auch Alkylreste unterschiedlicher Kohlenstoffatomzahl besitzen können. Derartige Farbstoffgemische lassen sich im allgemeinen sehr einfach herstellen durch Einsatz von Ausgangsstoffen, die beispielsweise in Form technischer Produkte ohne weitere Auftrennung, insbesondere Isomeren-trennung, Verwendung finden können. Überraschenderweise zeigt es sich, dass diese Farbstoffmischungen sehr gut zum Färben geeignet sind, wobei einheitliche Färbungen erhalten werden, die denen eines einzelnen Farbstoffes der Formel I mit der gemittelten Kohlenstoffatomzahl entspricht.

Für M in der Bedeutung des Äquivalentes eines farblosen Kations kommt beispielsweise ein Alkalimetallion wie Lithium-, Natrium- oder Kaliumion, Ammonium- sowie unsubstituiertes oder substituiertes Alkylammonium in Betracht. Unsubstituierte Alkylreste eines Alkylammoniumions besitzen vorzugsweise 1 bis 3 Kohlenstoffatome, substituierte Alkylreste sind vorzugsweise durch Hydroxy substituiert und enthalten 2 bis 4 Kohlenstoffatome. Beispielsweise für unsubstituierte und substituierte Alkylammoniumionen sind Mono-, Di-, Tri- und Tetramethylammonium, Triäthylammonium, Mono-, Di- und Triäthanolammonium sowie Mono-, Di- und Triisopropanolammonium. Herstellungsbedingt steht M bevorzugt für ein Alkalimetallion, insbesondere für Natrium.

Erfindungsgemäss gelangt man zu den Verbindungen der Formel I oder Gemischen davon, indem man die Diazoniumverbindung eines oder mehrerer Amine der Formel



mit einer Verbindung der Formel



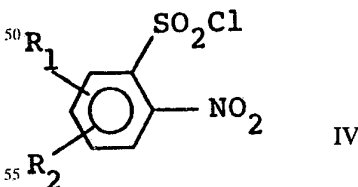
in saurem bis neutralem Medium kuppelt.

Die Diazotierung eines Amins der Formel II wird nach üblichen Methoden durchgeführt, beispielsweise indem man das Amin in wässriger Kochsalzlösung bei etwa 50 bis 100° C schmilzt, durch Zusatz von Salzsäure in das Hydrochlorid überführt und die wässrige Suspension bei 0 bis 5° C mit konzentrierter wässriger Lösung von Alkalinitrit diazotiert.

Die Kupplung der Diazoniumverbindung des Amins der Formel II mit der Verbindung der Formel III in saurem bis neutralem Medium wird in an sich bekannter Weise vorgenommen, vorzugsweise in saurem pH-Bereich in wässriger oder organisch-wässriger Lösung bei Temperaturen von 0° C bis Raumtemperatur, vorzugsweise zwischen 10 und 15° C. Als organische Lösungsmittel sind beispielsweise niedermolekulare Alkohole wie Äthanol oder Säureamide niedermolekularer aliphatischer Carbonsäuren wie Formamid oder Dimethylformamid oder niedermolekulare aliphatische Carbonsäuren wie Essigsäure geeignet.

Die Isolierung der erhaltenen Monoazoverbindungen der Formel I erfolgt nach an sich bekannter Methode, zweckmässig durch Aussalzen mit Natrium- oder Kaliumchlorid, anschliessendes Filtrieren, Waschen und Trocknen.

Die Ausgangsverbindungen der Formel II können, soweit sie nicht bekannt sind, beispielsweise erhalten werden, indem man eine Verbindung der Formel



mit einem Amin der Formel



umsetzt und anschliessend die Nitrogruppe auf übliche Weise, bevorzugt mit Eisen/Salzsäure in alkoholischer Lösung reduziert.

Die Kondensation des Sulfochlorids mit dem Amin wird bevorzugt in wässrigem Milieu bei Temperaturen um etwa 60° C vorgenommen.

Dabei kann anstelle eines einzelnen reinen Amins der Formel V auch ein Amingemisch, worin R sowohl isomere Reste gleicher Kohlenstoffatomzahl als auch Reste unterschiedlicher Kohlenstoffatomzahl umfasst, eingesetzt werden. Die resultierenden Gemische der Ausgangsverbindungen können nach erfolgter Reduktion der Nitro- zur Aminogruppe direkt für Diazotierung und Kupplung weiterverwendet werden, man erhält dabei ein Mischprodukt, das ebenso wie ein reiner Farbstoff der Formel I Anwendung finden kann.

Die Verbindungen der Formel IV sind bekannt oder können auf an sich bekannte Weise aus bekannten Ausgangsverbindungen hergestellt werden.

Die erfindungsgemäss hergestellten Verbindungen der Formel I und Gemische davon stellen in Form ihrer Salze braune Pulver dar, die in Wasser gute Löslichkeit zeigen.

Die Farbstoffe und ihre Mischungen eignen sich zum Färben und Bedrucken von beliebigen mit anionischen Farbstoffen anfärbaren, stickstoffhaltigen organischen Substraten, insbesondere zum Färben und Bedrucken von natürlichen und synthetischen Polyamiden wie Wolle, Seide oder insbesondere Nylon, basisch modifizierten Polyolefinen oder Polyurethanen sowie auch zum Färben von Leder. Die Nuancen der erhaltenen Färbungen reichen von Rot- bis zu Bordeaux-Tönen.

Wird ein Einzelfarbstoff der Formel I zum Färben eingesetzt, so enthält dieser bezüglich R bevorzugt eine geradzahlige C-Atomzahl.

Die erfindungsgemässen Farbstoffe und ihre Mischungen sind insbesondere zum Färben aus neutralem oder schwach saurem, beispielsweise essigsauerm Bade geeignet. Dabei zeigen Verbindungen der Formel I und ihre Mischungen, die bezüglich des Restes R und der im Phenylring als R₁ und R₂ gegebenenfalls vorhandenen Substituenten insgesamt 8–12 C-Atome enthalten, sehr gutes Ziehvermögen aus insbesondere neutralem wie auch schwach saurem Färbebad verbunden mit guter Migrierfähigkeit, während Verbindungen der Formel I und ihre Mischungen, die bezüglich des Restes R und der im Phenylring als R₁ und R₂ gegebenenfalls vorhandenen Substituenten insgesamt 4–8 C-Atome enthalten, gutes Ziehvermögen insbesondere aus schwach saurem Bade verbunden mit sehr guter Migrierfähigkeit besitzen.

Die Färbungen zeigen gute allgemeine Echtheitseigenschaften, insbesondere sehr gute Lichtechtheit, wie sie besonders für synthetische Polyamide hervorzuheben ist, und bemerkenswerte Nassechtheiten wie beispielsweise Wasch- und Schweissechtheit. Ferner sind sie reibecht und besitzen gute Resistenz gegenüber dem Carbonisieren, Bügeln und Säuren wie Alkalien.

Die Farbstoffe der Formel I weisen neben ihrer guten Wasserlöslichkeit und ihrem guten Ziehvermögen besonders aus neutralem Färbebad die gesuchte Kombination insbesondere zweier Eigenschaften auf, nämlich gutes Migrationsvermögen verbunden mit guten Waschechtheiten. Insbesondere werden bei Vorliegen guter Migrierfähigkeit sehr egale Färbungen erzielt, auch wird streifiges Nylon problemlos gedeckt. Weiterhin zeigen die Farbstoffe der Formel I ein gutes Kombinationsverhalten mit anderen geeigneten Farbstoffen, die den erfindungsgemässen Farbstoffen entsprechende färberische Eigenschaften besitzen, wobei die oben angeführten Eigenschaften der Färbung unverändert erhalten bleiben. Insbesondere unterliegen solche Kombinationsfärbungen nicht der Erscheinung des Catalytic Fading, das heisst die Nuance derartiger Färbungen ändert sich bei Lichteinwirkung Ton in Ton. Hervorzuheben ist noch, dass die Verbindungen der Formel I und insbesondere

solche, die für R einen geradkettigen C₁₀-Alkylrest enthalten, beim einbadigen Färbeverfahren gleiches Aufbauvermögen sowohl für natürliche und synthetische Polyamide wie auch für synthetische Polyamide und Polyurethane zeigen.

Die Farbstoffe der Formel I gemäss vorliegender Erfindung oder Gemische davon, können als solche oder auch in Form von flüssigen oder festen Präparationen, wie Granulaten, eingesetzt werden.

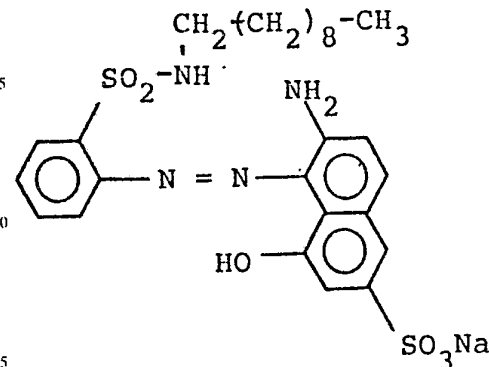
In den folgenden Beispielen bedeuten Teile Gewichtsteile, Volumenteile stehen zu Gewichtsteilen im Verhältnis Liter zu Kilogramm. Die Temperaturen sind in Celsiusgraden angegeben.

Beispiel 1

62,4 Teile 1-Aminobenzol-2-sulfonsäure-N-decylamid werden in 200 Teilen Wasser zu einer feinen Suspension verrührt und mit 50 Teilen 30%-iger Salzsäure versetzt. Man rührt während ca. 20 Stunden bei Raumtemperatur und diazotiert anschliessend bei 0–3° mit 14,5 Teilen Natriumnitrit, gelöst in 50 Teilen Wasser. Nach beendeter Diazotierung wird ein etwaiger Überschuss an salpetriger Säure mit 0,5 Teilen Sulfaminsäure zerstört.

Man löst 20 Teile Natriumacetat in 200 Teilen Wasser und trägt in diese Lösung 48 Teile 2-Amino-8-hydroxynaphthalin-6-sulfonsäure ein. In die erhaltene Suspension lässt man langsam unter Rühren die oben beschriebene Diazoniumsalzsuspension zulaufen; man hält dabei den pH-Wert durch Zutropfen von 5%-iger Natriumhydroxidlösung zwischen 3 und 4. Das Reaktionsgemisch wird bis zur Beendigung der Kupplung gerührt, anschliessend gibt man weitere 5%-ige Natriumhydroxidlösung bis zur Erreichung eines pH-Wertes von 10 zu und rührt die entstandene Farbstoffsuspension noch während 4 Stunden bei 25–30°. Zur Aufarbeitung wird filtriert, das Filtergut mit verdünnter Natriumchloridlösung gewaschen und getrocknet.

Der erhaltene Farbstoff, welcher der Formel



entspricht, stellt ein braunes Pulver dar, das sich in Wasser mit reiner roter Farbe löst und auf Wolle, Seide und synthetischen Polyamidfasern brillante blautichig rote Färbungen von sehr guter Egalität, Licht- und Waschechtheit ergibt. Der Farbstoff zeigt dabei ein ausgezeichnetes Aufziehvermögen aus neutralem Färbebad.

Analog Beispiel 1 können weitere Verbindungen der Formel I in Form der Natriumsalze erhalten werden, für die in der nachstehenden Tabelle die Reste R, R₁ und R₂ angegeben sind. Die mit diesen Farbstoffen erhaltenen Färbungen auf Polyamid zeigen abgestufte Rottöne.

Tabelle

Beispiel Nr.	R	R ₂ (Position)	R ₁ (Position)
2	n-C ₆ H ₁₃	H	H
3	n-C ₈ H ₁₇	H	H
4	-CH ₂ -CH-(CH ₂) ₃ -CH ₃ C ₂ H ₅	H	H
5	n-C ₆ H ₁₃	CH ₃ (4)	H
6	n-C ₈ H ₁₇	do.	H
7	n-C ₆ H ₁₃	n-C ₄ H ₉ (4)	H
8	n-C ₁₀ H ₂₁	OCH ₃ (4)	H
9	do.	OCH ₃ (5)	H
10	n-C ₈ H ₁₇	OCH ₃ (4)	H
11	do.	OCH ₃ (5)	H
12	n-C ₆ H ₁₃	OC ₂ H ₅ (4)	H
13	n-C ₈ H ₁₇	do.	H
14	n-C ₁₀ H ₂₁	do.	H
15	n-C ₆ H ₁₃	OC ₂ H ₅ (5)	H
16	n-C ₈ H ₁₇	do.	H
17	n-C ₁₀ H ₂₁	do.	H
18	n-C ₈ H ₁₇	Cl (4)	H
19	do.	Cl (5)	H
20	do.	NH ₂ (4)	H
21	do.	NH ₂ (5)	H
22	n-C ₁₀ H ₂₁	Cl (4)	H
23	do.	Cl (5)	H
24	do.	NH ₂ (4)	H
25	do.	NH ₂ (5)	H
26	n-C ₈ H ₁₇	-NHCOCH ₃ (4)	H
27	do.	-NHCOCH ₃ (5)	H
28	n-C ₆ H ₁₃	-NHCOC ₄ H ₉ (4)	H
29	n-C ₆ H ₁₃	-NHCOC ₄ H ₉ (5)	H
30	n-C ₈ H ₁₇	-NHCH ₂ CH ₂ OH (4)	H
31	do.	-NHCH ₂ CH ₂ OH (5)	H
32	do.	-NHCOOC ₂ H ₅ (4)	H
33	do.	-NHCOOC ₂ H ₅ (5)	H
34	do.	-NHCH ₂ CH ₂ CN (4)	H
35	do.	-NHCH ₂ CH ₂ CN (5)	H
36	do.	-COOC ₂ H ₅ (5)	H
37	n-C ₆ H ₁₃	Cl (4)	Cl (5)
38	do.	do.	CH ₃ (5)
39	do.	CH ₃ (4)	CH ₃ (5)
40	n-C ₈ H ₁₇	Cl (4)	Cl (5)
41	do.	do.	CH ₃ (5)
42	do.	CH ₃ (4)	CH ₃ (5)
43	n-C ₁₀ H ₂₁	Cl (4)	Cl (5)
44	do.	do.	CH ₃ (5)
45	do.	CH ₃ (4)	do.
46	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ (OCH ₂ CH ₂) ₂ OH	H	H
47	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ (OCH ₂) ₃ OH	H	H
48	Diazokomponentengemisch bezüglich R mit $\left. \begin{array}{l} \text{C}_9\text{H}_{19} \\ \text{C}_{10}\text{H}_{21} \\ \text{C}_{11}\text{H}_{23} \end{array} \right\}$	H	H
49	Diazokomponentengemisch bezüglich R mit $\left. \begin{array}{l} \text{C}_5\text{H}_{11} \\ \text{C}_6\text{H}_{13} \\ \text{C}_7\text{H}_{15} \end{array} \right\}$	H	H
50	n-C ₉ H ₁₉	H	H

Beispiel Nr.	R	R ₂ (Position)	R ₁ (Position)
51	$-(\text{CH}_2)_3-\text{OCH}_3$	Cl (5)	H
52	$-(\text{CH}_2)_3-\text{O}-(\text{CH}_2)_3-\text{CH}_3$	H	H
53	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-(\text{CH}_2)_3-\text{C}-\text{OH} \\ \quad \\ \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \end{array}$	H	H
54	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{C}-\text{CH}_2\text{OH} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	n-C ₄ H ₉ (4)	H
55	$-(\text{CH}_2)_4-\text{OH}$	do.	H
56	$-(\text{CH}_2)_5-\text{OH}$	do.	H
57	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ -\text{CH}-\text{CH}_2\text{OH} \end{array}$	do.	H

Die Farbstoffe des Beispiels 1 und der Tabelle können in Abhängigkeit von den Umsetzungs- und Isolierungsbedingungen statt in Form des Natriumsalzes auch in Form der freien Säure oder in einer anderen Salzform, beispielsweise mit einem in der Beschreibung weiter angeführten Kation M, hergestellt werden.

Färbebeispiel A

In ein aus 400 Teilen entmineralisiertem Wasser, 4 Teilen Ammonsulfat und 2 Teilen des Farbstoffes aus Beispiel 1 bestehendes Färbebad bringt man bei 40° 100 Teile vorgezogenes Nylontuch (Nylon 66) ein. Man erhitzt die Färbeflotte im Verlaufe von 30 Minuten auf Siedetemperatur und hält sie bei dieser Temperatur während 1 Stunde. Während des Färbens ersetzt man fortwährend das verdampfte Wasser. Hierauf nimmt man das blaustichig rot gefärbte Nylontuch aus der Flotte, spült es mit Wasser und trocknet es. Nach dem gleichen Verfahren kann auch Wolle gefärbt werden.

Das Färbebad wird dabei sehr gut ausgezogen. Die erhaltenen Färbungen zeigen sehr gute Egalität, Licht- und Waschechtheiten.

Werden dem Färbebad bei Beginn der Färbung 2 Teile eines handelsüblichen Egalisierungsmittels zugesetzt, so lässt sich Nylon, das zum Streifigfärben neigt, vorzüglich egal färben.

Nach der gleichen Vorschrift kann mit den in den Beispielen 2 bis 57 angeführten Farbstoffen oder mit einer Mischung von zwei oder mehr Farbstoffen der Beispiele 1 bis 57 gefärbt werden.

Färbebeispiel B

In ein aus 4000 Teilen entmineralisiertem Wasser und 2 Teilen des Farbstoffes aus Beispiel 2 bestehendes Färbebad bringt man bei 40° 100 Teile vorgezogenes synthetisches Polyamidgewebe, z.B. Nylon, ein.

Man erhitzt die Färbeflotte im Verlaufe von 30 Minuten auf Siedetemperatur, hält sie bei dieser Temperatur während einer

Stunde, gibt 4 Teile Eisessig zu und beendet das Färben durch weiteres, 30 Minuten dauerndes Erhitzen auf Siedetemperatur.

Während des Färbens ersetzt man fortwährend das verdampfte Wasser. Hierauf nimmt man das blaustichig rot gefärbte Nylontuch aus der Flotte, spült es mit Wasser und trocknet es. Nach demselben Verfahren kann auch Wolle gefärbt werden. Die Färbungen besitzen gute Lichtechtheit und gute Nassechtheiten.

Nach der gleichen Vorschrift kann mit den in den Beispielen 1 und 3 bis 57 angeführten Farbstoffen oder mit einer Mischung von zwei oder mehreren Farbstoffen der Beispiele 1 bis 57 gefärbt werden.

Druckvorschrift

Polyamid wird mit einer Druckpaste der folgenden Zusammensetzung bedruckt:

30 Teile	Farbstoff gemäss Beispiel 1
50 Teile	Harnstoff
50 Teile	eines Lösungsvermittlers (z.B. Thiodiäthylenglykol)
290 Teile	Wasser
500 Teile	eines geeigneten Verdickungsmittels (z.B. auf Basis von Johannisbrotkernmehl)
20 Teile	eines Säurespenders (z.B. Ammontartrat)
60 Teile	Thioharnstoff

Das bedruckte Textilgut wird während 40 Minuten bei 102° (Sattdampf) gedämpft, dann kalt gespült, anschliessend 5 Minuten bei 60° mit einer verdünnten Lösung eines handelsüblichen Waschmittels gewaschen und nochmals kalt gespült. Man erhält einen blaustichig roten Druck von sehr guten Nass- und Lichtechtheiten.

Auf analoge Weise können Druckpasten hergestellt werden, die als Bestandteil einen oder mehrere Farbstoffe der Beispiele 2 bis 57 enthalten.