



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

224632

(11) (B2)

(51) Int. Cl.³

C 09 B 29/085

(22) Přihlášeno 04 11 81
(21) (PV 8102-81)

(32) (31)(33) Právo přednosti od 06 11 80
(P 30 41 891.8) od 01 04 81
(P 31 13 001.1) Německá spolková republika

(40) Zveřejněno 28 01 83

(45) Vydáno 15 01 86

(72) Autor vynálezu MISCHKE PETER dr., BAD SODEN/Ts., FUCHS HERMANN dr.,
KÖNIGSTEIN/Ts. (NSR)
(73) Majitel patentu HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, FRANKFURT/M. (NSR)

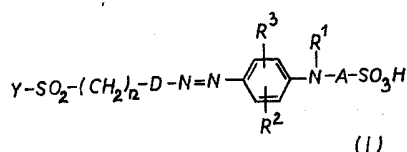
(54) Způsob přípravy ve vodě rozpustných azosloučenin

1

Vynález se týká způsobu přípravy ve vodě rozpustných azobarviv, která jsou reaktivní s vlákny.

Z DE vyložené přihlášky DAS číslo 26 53 478 jsou známa s vlákny reaktivní azobarviva, která mají jakožto s vlákny reaktivní skupinu beta-sulfátoethylsulfonylovou skupinu a obsahují N-beta-sulfátoethylanilinou kopulační složku. Tato známá barviva mají však při použití určité nedostatky.

Vynález se týká způsobu přípravy nových, hodnotných, ve vodě rozpustných azosloučenin, které mají ve formě volné kyseliny obecný vzorec I

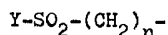


kde znamená

Y vinylynovou skupinu nebo skupinu obecného vzorce $-CH_2-CH_2Z$
kde znamená

Z atom chloru, bromu nebo fluoru, alkanoyloxyskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, benzyloxyskupinu, sulfobenzoyloxyskupinu, benzensulfonyloxyskupinu nebo toluensulfonyloxyskupinu, alkylsulfonylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylovém podílu nebo arylsulfonylaminoskupinu s 6 až 10 atomy uhlíku v arylovém podílu, fenoxyskupinu, dialkylaminoskupinu vždy s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylovém podílu, thio-sulfátoskupinu, fosfátoskupinu nebo sulfátoskupinu nebo hydroxyskupinu,

- n nulu, číslo 1 nebo 2,
- D fenylenovou skupinu popřípadě substituovanou jedním nebo dvěma substituenty se souboru zahrnujícího alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, hydroxylovou skupinu, alkanoylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkanoylovém podílu, benzoylaminoskupinu, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, atomem chloru a/nebo sulfoskupinou substituovanou benzoylaminoskupinou, atom chloru, bromu, fluoru a karboxyskupinou a/nebo nitroskupinou a/nebo sulfoskupinou a/nebo skupinu obecného vzorce



kde

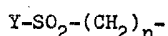
Y má shora uvedený význam a

n znamená číslo 1 nebo 2,

nebo znamená

naftylenovou skupinu popřípadě substituovanou jednou nebo dvěma disulfoskupinami, nebo znamená

benzthiazol-2-yllovou skupinu, která obsahuje ve vázané formě v karbocyklickém kruhu shora uvedenou skupinu obecného vzorce



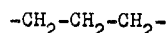
kde Y a n mají shora uvedený význam a je popřípadě dále v tomto benzenovém jádru substituována jedním substituentem ze souboru zahrnujícího alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, hydroxylovou skupinu, alkanoylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, benzoylaminoskupinu, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, atomem chloru a/nebo sulfoskupinou substituovanou benzoylaminoskupinu, nitroskupinu, atom chloru, atom bromu a sulfoskupinu,

- R¹ atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkenylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku nebo fenyllovou skupinou a/nebo hydroxylovou skupinou substituovanou alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, přičemž fenyllový podíl je popřípadě substituován methylovou skupinou, methoxy skupinou a/nebo atomem chloru, nebo znamená kyselinou esterifikovanou hydroxyalkylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku v tomto alkylovém podílu, kyanalkylovou skupinou s 2 až 4 atomy uhlíku v alkylovém podílu, karboxy-, karbonamido- nebo karbalkoxyalkylenovou skupinu vždy s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylovém nebo alkylenovém podílu, halogenalkylovou skupinu s 2 až 3 atomy uhlíku nebo halogenalkenylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku nebo skupinu obecného vzorce

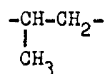


kde znamená

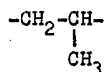
A ethylenovou skupinu nebo propylenovou skupinu vzorce



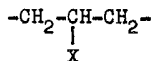
nebo vzorce



nebo vzorce



nebo vzorce



kde znamená

- X hydroxylovou skupinu nebo cykloalkoxy skupinu alkanokarboxylové kyseliny s 1 až 4 atomy uhlíku, nebo aromatické karboxylové kyseliny s 6 až 10 atomy uhlíku nebo alkylsulfonové

- R^2 kyseliny s 1 až 4 atomy uhlíku nebo aromatické sulfonové kyseliny nebo atom halogenu, atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxykupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, popřípadě substituovanou hydroxylovou skupinou, acetoxykupinou, karboxyskupinou, karbonamidovou skupinou, kyanoskupinou nebo atomem halogenu, nebo znamená atom halogenu nebo trifluormethyllovou skupinu,
- R^3 atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxykupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, popřípadě substituovanou hydroxylovou skupinou, acetoxykupinou, karboxyskupinou, karbonamidovou skupinou, kyanoskupinou nebo atomem halogenu, nebo znamená atom halogenu,
- M atom vodíku, sodíku nebo dreslíku.

Skupiny symbolu R^2 a R^3 mohou mít navzájem stejný nebo odlišný význam.

Výrazem "nižší" se vždy míní, že alkylová, alkylenová nebo alkenylová skupina má 1 až 6, popřípadě 2 až 6 atomů uhlíku a s výhodou 1 až 4 popřípadě 2 až 4 atomy uhlíku.

Alkalicky eliminovatelnými skupinami symbolu Z jsou například atomy halogenu, jako atom chloru, bromu nebo fluoru, esterové skupiny organických karboxylových a sulfonových kyselin, jako jsou nižší alkanoyloxykupina, například acetoxykupina, nebo acyloxykupina aromatické karboxylové nebo sulfonové kyseliny, jako benzoyloxykupina, sulfobenzoyloxykupina, benzensulfonyloxykupina nebo toluensulfonyloxykupina, dále nižší alkylsulfonylaminoskupina a arylsulfonylaminoskupina, fenoxyskupina, dialkyleminoskupina s alkylovými podíly se vždy 1 až 4 atomy uhlíku, jako dimethylaminoskupina nebo diethylaminoskupina, jakož také monoesterové skupiny, například thiosérové kyseliny, fosforečné kyseliny a zvláště sírové kyseliny.

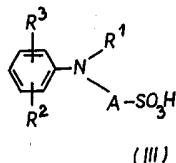
Nové azosloučeniny mohou být ve formě volných kyselin, tak také ve formě svých solí. S výhodou jsou ve formě solí zvláště solí s alkalickým kovem a s kovem alkalické zeminy, především se sodíkem, dreslíkem a také vápníkem.

Nových azosloučenin s výhodou ve formě solí se používá jakožto barviv k barvení a a potiskování vláken obsahujících hydroxylové skupiny a karbonamidové skupiny nebo kůže.

Způsobem podle vynálezu se barvíva obecného vzorce I, kde jednotlivé symboly mají shora uvedený význam, popřípadě jejich soli připravují tak, že se disotuje sloučenina obecného vzorce II



kde D, n a Y mají shora uvedený význam, a kopuluje se s kopulační složkou, která má ve formě kyseliny obecný vzorec III



kde A, R^1 , R^2 a R^3 mají shora uvedený význam a popřípadě v případě kdy Y znamená beta-hydroxyethyllovou skupinu, převádí se azosloučenina obecného vzorce I s touto beta-hydroxyethyllovou skupinou pomocí sulfatačního prostředku na odpovídající azosloučeninu obecného vzorce I, kde Y znamená beta-sulfátoethyllovou skupinu nebo fosfatizačním prostředkem na odpovídající sloučeninu obecného vzorce I, kde Y znamená beta-fosfátoethyllovou skupinu popřípadě na jejich soli.

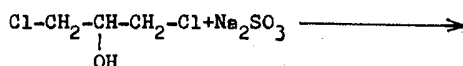
Jakožto vhodné sulfatizační prostředky se uvádějí např. 90% až 100% kyselina sírová, kyselina chlorsulfonová, kyselina amidosulfonová nebo jiné sloučeniny zavádějící oxid sírový. Jakožto vhodné fosfatizační prostředky se uvádějí například koncentrovaná kyselina

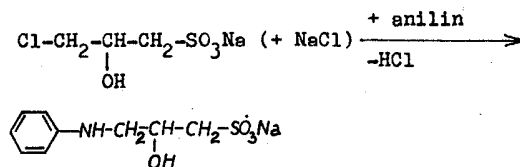
fosforečná, kyselina pyrofosforečná, kyselina metafosforečná nebo polyfosforečná, dále alkylester polyfosforečné kyseliny, fosforoxychlorid nebo směsi kyseliny fosforečné a oxidu fosforečného.

Jakožto aromatické aminy obecného vzorce II, kterých se používá jakožto diazosložek pro výrobu sloučenin podle vynálezu, se příkladně zvláště uvádějí tyto sloučeniny: 4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 4-beta-chlorethylsulfonylanilin, 4-beta-fosfátoethylsulfonylanilin, 4-vinylsulfonylanilin, 4-beta-thiosulfátoethylsulfonylanilin, 2-sulfo-4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2-brom-4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2-chlor-4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2-chlor-5-beta-chlorethylsulfonylanilin, 3-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2-brom-5-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2,6-dichlor-4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2,6-dibrom-4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2,5-dichlor-4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2-methyl-5-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2-methoxy-5-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2-methoxy-4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2-methyl-6-chlor-4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2,6-dimethyl-4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2,6-dimethyl-3-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2,5-dimethoxy-4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2-methoxy-5-methyl-4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 2-nitro-4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, 4-nitro-2-beta-sulfátoethylsulfonylanilin, (3'-beta-sulfátoethylsulfonyl)anilid 4-aminobenzoové kyseliny, 6-beta-sulfátoethylsulfonyl-2-naftylamin, 1-sulfo-6-beta-sulfátoethylsulfonyl-2-naftylamin, 8-beta-sulfátoethylsulfonyl-2-naftylamin, 6-sulfo-8-beta-sulfátoethylsulfonyl-2-naftylamin, 6-vinylsulfonyl-2-aminobenzthiazol, 6-beta-sulfátoethylsulfonyl-2-aminobenzthiazol, 4- ω -(beta-sulfátoethylsulfonyl)tolylamin, 3- ω -(beta-sulfátoethylsulfonyl)tolylamin, 6-methoxy-3- ω -(beta-sulfátoethylsulfonyl)tolylamin, 4-methoxy-3- ω -(beta-sulfátoethylsulfonyl)tolylamin, 4-methyl-3,5-bis(beta-sulfátoethylsulfonylmethyl)anilin, 4- ω -(beta-sulfátoethylsulfonyl)ethylanilin, 3- ω -(beta-sulfátoethylsulfonyl)ethylanilin, 5-(beta-sulfátoethylsulfonylmethyl)-1-naftylamin a jejich beta-hydroxyethylsulfonylové deriváty.

Sloučeniny obecného vzorce II jsou známy a mohou se připravit způsoby často v literatuře popsány. Například se výhodně sloučeniny obecného vzorce II s beta-sulfátoethylsulfonylovou skupinou získají z odpovídajících beta-hydroxyethylsulfonylových sloučenin esterifikací například vodou obsahující nebo koncentrovanou kyselinou sírovou nebo amidosulfonovou kyselinou, jako například vnesením odpovídajícího beta-hydroxyethylsulfonylanilinu a beta-hydroxyethylsulfonylnaftylaminu do ekvimolárního množství 60% kyseliny sírové a následným zahřátím obdobným způsobem, jako je popsáno v německém patentovém spise číslo 1 150 163 nebo například rozpouštěním beta-hydroxyethylsulfonylanilinu nebo beta-hydroxyethylsulfonylnaftylaminu v nadbytku koncentrované kyseliny sírové nebo ve 100% kyselině sírové (monohydrát) při teplotě místnosti nebo reakcí s amidosulfonovou kyselinou v přítomnosti pyridinu nebo pyridinové zásady obdobným způsobem, jako je popsáno v německém patentovém spise číslo 1 443 877 týkajícím se esterifikačního způsobu. Takto připravené beta-sulfátoethylsulfonylaniliny a beta-sulfátoethylsulfonylnaftylaminy se mohou používat při způsobu podle vynálezu také v neizolované formě ve formě reakční směsi, která se získá esterifikací.

Pro přípravu sloučenin obecného vzorce I jakožto kopulační složka používané sulfoalkylaniliny obecného vzorce III se rovněž mohou připravovat o sobě známým způsobem, tak například podle DE zveřejněné přihlášky vynálezu DOS číslo 1 481 831 a 1 493 636, dále způsoby popsány v publikaci R. B. Wagner a H. D. Zock, Synthetic Organic Chemistry (Syntetická organická chemie), John Wiley & Sons, Inc., New York, 1953, str. 812 až 819, dále reakcí alfa, alfa'-dichlorhydrinu a natriumsulfitem podle DE patentového spisu číslo DE-PS 258 473 a kondenzací tohoto reakčního produktu s aromatickým aminem, jako například podle reakční rovnice





nebo reakcí propansultonu s aromatickými aminy.

beta-Sulfátoethylanilinové deriváty se mohou připravit také reakcí beta-chlorethylsulfonové kyseliny popřípadě jejích solí s aromatickými aminy, například způsobem, který popsal J. W. James v Journ. prakt. Chem. (2) 31, 413 (1885). Jsou však také připravitelné ve velmi dobré čistotě například adicí vinylsulfonylfluoridu na anilinové deriváty a následnou alkalickou hydrolyzou sulfofluoridové skupiny.

Jakožto sloučeniny obecného vzorce III, které jsou použitelné jakožto kopulační složky při výrobě sloučeniny podle vynálezu, se příkladně uvádějí:

N-beta-sulfoethylanilin, N-beta-sulfoethyl-2-chloranilin, N-beta-sulfoethyl-3-chloranilin, N-beta-sulfoethyl-2-methyl-anilin, N-beta-sulfoethyl-2-methoxyanilin, N-beta-sulfoethyl-2-methyl-5-chloranilin, N-beta-sulfoethyl-2-methoxy-5-chloranilin, N-beta-sulfoethyl-2-chlor-5-methoxyanilin, N-beta-sulfoethyl-2,5-dichloranilin, N-beta-sulfoethyl-N-methylanilin, N-beta-sulfoethyl-N-ethylanilin, N-beta-sulfoethyl-N-ethyl-3-methylanilin, N-beta-sulfoethyl-N-ethyl-3-chloranilin, N-beta-sulfoethyl-N-allylanilin, N-beta-sulfoethyl-N-benzylanilin, N-beta-sulfoethyl-N-fenethylanilin, N-beta-sulfoethyl-N-beta-karbonamidethylanilin, N-beta-sulfoethyl-N-beta-karboxyethylanilin, N-beta-sulfoethyl-N-beta-kyanethylanilin, N-beta-sulfoethyl-N-beta-acetoxyethylanilin, N-beta-sulfoethyl-N-beta-hydroxyethylanilin, N-beta-sulfoethyl-N-ethyl-2-methoxy-5-chloranilin, N-beta-sulfoethyl-N-beta-hydroxyethyl-3-chloranilin, N-beta-sulfoethyl-N-beta-karboxyethyl-3-chloranilin, N,N-bis-/beta-sulfoethyl/anilin, N,N-bis-/beta-sulfoethyl-/3-methylanilin, N,N-bis-/beta-sulfoethyl-/3-chloranilin, N-gama-sulfopropylanilin, N-gama-sulfopropyl-3-chloranilin, N-gama-sulfopropyl-2-methyl-5-chloranilin, N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl-/2-methoxy-5-chloranilin, N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl-/2-chloranilin, N-(gama-sulfo-beta-hydroxypropyl-/2,5-dichloranilin, N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl-/N-ethylanilin, N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl-/N-ethyl-3-methylanilin, N-/gama-sulfo-beta-acetopropyl-/N-beta-acetoxyethylanilin, N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl-/N-fenethylanilin, N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl-/N-(beta-hydroxyethyl/2-methoxy-5-chloranilin, N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl/anilin, N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl-/2-chlor-3-methylanilin, N-/gama-sulfopropyl-/N-ethyl-3-methylanilin, N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl-/N-beta-karboxyethyl-3-chloranilin, N-(beta-sulfo-alfa-methylethyl/anilin, N-beta-sulfo-alfa-methylethyl-/2-methoxy-5-chloranilin, N,N-bis-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl-/3-chloranilin, N-/gama-sulfopropyl-/2,5-dichloranilin.

Diazotace aminů obecného vzorce II se může provádět o sobě známými způsoby, například působením dusitanu alkalického kovu a anorganické kyseliny, jako je kyselina chlorovodíková, sírová nebo fosforečná, nebo působením nitroxyl-sírové kyseliny.

Kopulační reakce s kopulačními složkami obecného vzorce III se rovněž může provádět o sobě známým způsobem v neutrálním až kyselém prostředí, s výhodou v prostředí o hodnotě pH 1 až 7 a při teplotě -5 °C až +25 °C, popřípadě v přítomnosti octanu sodného nebo podobných, rychlost kopulace ovlivňujících pufovacích látek nebo v přítomnosti katalyzátorů, jako jsou například dimethylformamid nebo pyridin.

Sloučeniny obecného vzorce I, připravené způsobem podle vynálezu, se mohou z reakčního roztoku vyloučit vysolením elektrolyty, například chloridem sodným nebo chloridem draselným,

s výhodou po nastavení hodnoty pH reakční směsi na 3,5 až 7,0; po odfiltrování se vysuší. Kromě toho se mohou sloučeniny, připravené způsobem podle vynálezu, izolovat z reakčních násad odpařením nebo rozprašovací sušením. V případech, kdy v reakčním roztoku jsou přítomny větší množství sulfátových iontů, se doporučuje, vysrážet sulfátové ionty před sušením rozprašováním ve formě těžko rozpustných solí, například ve formě síranu vápenatého. Je rovněž možné roztoky sloučenin obecného vzorce I, získané syntézou, popřípadě po přísadě pufovací látky zavádět přímo jakožto kapalný přípravek pro barvářské použití.

Nové sloučeniny obecného vzorce I, připravené způsobem podle vynálezu, jsou vhodné jakožto barviva, zvláště jakožto barviva reaktivní s vláknem. Mohou se s výhodou nanášet na dále uvedené substráty způsobem známým pro reaktivní barviva a fixovat se pro dosažení stálosti.

Sloučenin obecného vzorce I, připravených způsobem podle vynálezu, se používá jakožto barviv, zvláště pro barvení a potiskování celulóзовých vláken a přírodních nebo syntetických polyamidových vláken nebo kůže. Jakožto celulóзовé vláknité materiály jsou výhodná bavlna a regenerovaná celulóza, jako je viskozové hedvábí, jakož také len a konopí. Vhodnými polyamidovými vláknitými materiály jsou zvláště vlna a jiné živočišné vlasy, jakož také hedvábí přírodní, ze syntetických polyamidů jsou zvláště vhodné polyamid 6,6, polyamid 6, polyamid 11 nebo polyamid 4.

Například se získají azosloučeninami obecného vzorce I, připravenými způsobem podle vynálezu, na celulóзовých vláknech způsobem tažení za použití různých přísad alkalii u dlouhé lázně vybarvení s velmi dobrým výtěžkem barviva. S rovněž vynikajícím výtěžkem barviva se vybarvují celulóзовá vlákna o sobě známým způsobem klocování, přičemž se sloučeniny obecného vzorce I mohou fixovat působením alkálie při prodlevě za teploty místnosti, pařením nebo suchým teplem.

Při potiskování se rovněž může použít běžného jednofázového postupu v přítomnosti prostředku vázajícího kyselinu nebo prostředku poskytujícího alkalii, jako jsou například hydrogenuhličitán sodný, uhličitán sodný nebo trichloacetát sodný v tiskové pastě s následnou fixací pařením například při teplotě 100 až 103 °C nebo dvoustupňového postupu za použití neutrálních nebo slabě kyselých potiskovacích past, přičemž po potištění se vláknitý materiál buď vede horkou, elektrolyt obsahující, elektrickou lázní nebo se překločuje klocovací lázní obsahující elektrolyt a mající alkalickou reakci a sloučenina obecného vzorce I se pak fixuje pařením nebo suchým teplem.

Těmito způsoby se získají barevně silné tisky s dobrým stavem obrysů a s čirým bílým základem. Kvality potisku se prakticky neovlivňuje měnicími se podmínkami fixace a tisky tak vykazují uspokojující stálost odstínu.

Konstitučně nejblíže porovnatelná barviva podle DE vyložené přihlášky vynálezu DAS číslo 26 53 478 mají oproti sloučeninám (barvivům), připraveným způsobem podle vynálezu, nedostatek, že sulfátoskupiny známých barviv mají za určitých podmínek technického použití sklon k hydrolýze a přitom uvolňující se kyselina sírová způsobuje poškození vláken.

Sloučeninami obecného vzorce I dosažitelné vybarvení a tisky na celulóзовých vláknitých materiálech, mají značné stálosti, obzvláště se zdrazňují stálosti při výrobě a při použití, jako je stálost na světle stálost při praní, například při teplotě 60 nebo 95 °C, stálost při kyselém a alkalickém valchování, stálost proti působení vody, stálost proti působení mořské vody, stálost při kyselém přebarvování, stálost proti působení alkalického a kyselého potu, jakož také stálost při plizování, žehlení a stálost proti otěru.

Jak přírodní tak syntetické polyamidové vláknité materiály se novými sloučeninami obecného vzorce I barví s výhodou z kyselé, vodné lázně nebo z kyselé vodné napouštěcí lázně. S výhodou se žádná hodnota pH nastavuje kyselinou octovou nebo kyselinou octovou

s octanem amonným nebo octanem sodným. K dosažení dobré etalitty vybarvení nebo ke zlepšení egalit je výhodné v barvicí lázni nebo v barvicí napouštěcí lázni současně používat běžných egalizačních prostředků, jakou jsou například sloučeniny na bázi reakčního produktu mastného aminu, například stearylaminu s alkylenoxidem, jako je ethylenoxid a/nebo reakčního produktu kyanurchloridu s asi trojnásobným molárním množstvím aminobenzensulfonové kyseliny a/nebo aminonaftalensulfonové kyseliny. Barvení se může provádět běžným způsobem při teplotách 60 až 105 °C, s výhodou vytahováním, zvláště při teplotě varu barvicí lázně nebo také v tlakovém barvicím aparátu při teplotách až 120 °C.

Obzvláště výhodnými barvivy obecného vzorce I, připravenými způsobem podle vynálezu, jsou barviva uvedená v bodech 2 až 8 definice předmětu vynálezu.

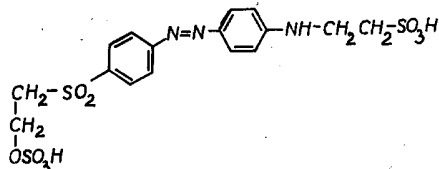
Následující příklady způsob podle vynálezu objasňují. Díla a procenta jsou míněny hmotnostně, pokud není jinak uvedeno. Objemové díly mají ke hmotnostním dílům vztah jako litr ke kilogramu.

Příklad 1

28,1 dílu 4-beta-sulfátoethylsulfonylanilinu se za míchání vnese do 300 dílů vody. Po přidání 36 dílů 1% kyseliny chlorovodíkové se vše ochladí na teplotu 5 °C. Při této teplotě se nechá pomalu přikapávat 20 objemových dílů vodného 5n roztoku dusitanu sodného a míchá se pak po dobu asi jedné hodiny. Nadbytek kyseliny dusité se rozruší trochou amidosulfonové kyseliny.

Ke kopulaci se přidá 22,3 dílu sodné soli N-fenyltaurinu, rozpuštěné ve 150 dílech vody; hodnota pH se poněkud zvýšením přidáváním hydrogenuhličitanu sodného nastaví na přibližně 5,5. Po ukončené kopulaci se vytvořená azosloučenina vysráží chloridem draselným (v množství objemově 25 % vztaženo na objem roztoku), odseje se a při teplotě 60 °C se usuší za sníženého tlaku.

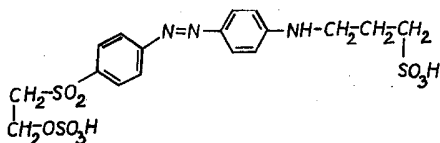
Získá se oranžově červený prášek obsahující sůl, který se ve vodě rozpouští na žlutě oranžovou barvu a která obsahuje, převážně ve formě draselné soli, sloučeninu vzorce

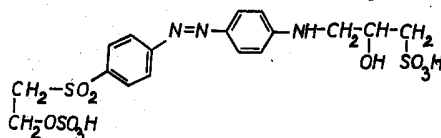


Hodí se vynikajícím způsobem k barvení (včetně potiskování) barvy aplikačními a fixačními způsoby běžnými pro barviva reaktivní s vláknem a poskytuje oranžové vybarvení a tisky s nádechem do žluta s dobrou stálostí na světle a při praní.

Příklad 1a

Postupuje se způsobem popsaným v příkladu 1, místo N-fenyltaurinu se však jakožto kopulační složky používá ekvivalentního množství N-/gama-sulfopropyl/anilinu nebo N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl/anilinu a tak se získají odpovídající soli s alkalickým kovem azosloučenin vzorce



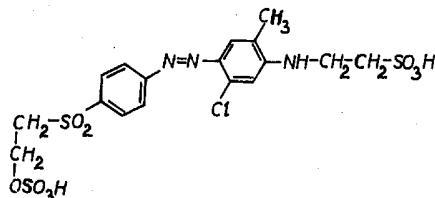


srovnatelného odstínu jako azosloučeniny podle příkladu 1 a se stejně tak dobrými koloristickými vlastnostmi.

P ř í k l a d 2

28,1 Dílu 4-beta-sulfátoethylsulfonylanilinu se diazotuje způsobem popsaným v příkladu 1. Po rozrušení nadbytku dusité kyseliny se přidá vychlazený roztok 27,15 dílů N-beta-sulfátoethyl-2-methyl-5-chlorenilinu ve formě sodné soli ve 150 dílech vody a provádí se kopulace nejdříve v silně kyselém prostředí, později přidáním hydrogenuhlíkitanu sodného při hodnotě pH 5,5 až 6,0. Po ukončené kopulaci se azosloučenina přidáním chloridu draselného vysráží, izoluje se filtrací a usuší se za sníženého tlaku při teplotě 60 °C.

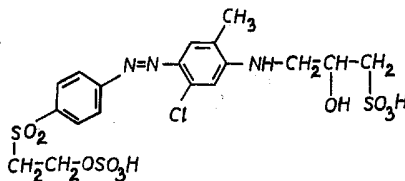
Získá se oranžový prášek, který kromě elektrolytu obsahuje převážně draselnou sůl azosloučeniny vzorce



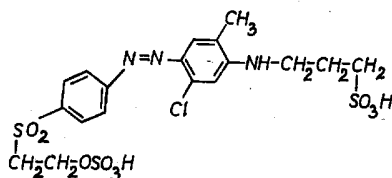
Hodí se vynikajícím způsobem jakožto barvivo a známými aplikačními a fixačními způsoby pro barviva reaktivní s vláknem poskytuje na bavlně a na vlně čisté zlatooranžové vybarvení a tisk s velmi dobrými stálostmi na světle a za mokra.

P ř í k l a d 2a

Poskytuje se způsobem popsaným v příkladu 2, místo tam použité kopulační složky se však použije ekvivalentního množství N-(gama-sulfo-beta-hydroxypropyl/-2-methyl-5-chlorenilinu nebo N-(gama-sulfopropyl/-2-methyl-5-chlorenilinu a tak se získají odpovídající soli alkalických kovů azosloučenin vzorce



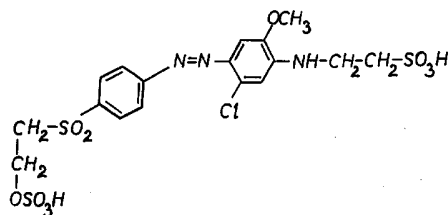
nebo



které mají velmi podobný odstín jako azosloučeniny podle příkladu 2 a stejně dobré koloristické vlastnosti.

P ř í k l a d 3

Diazotace a kopulace se provádějí způsobem popsaným v příkladu 1 avšak místo tam použité kopulační složky se použije 28,75 dílů sodné soli N-beta-sulfoethyl-2-methoxy-5-chloranilinu. Po vysrážení takto vytvořené azosloučeniny chloridem draselným z kopulační náklady se získá oranžově červený prášek, který obsahuje vedle elektrolytu převážně draselnou sůl sloučeniny vzorce



Sloučenina je vhodná velmi dobře jako barvivo a poskytuje na bavlně a na vlně oranžová vybarvení s dobrou stálostí na světle a s velmi dobrou stálostí při praní.

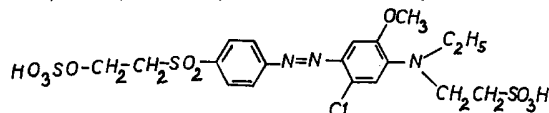
P ř í k l a d 3a

Jestliže se použije místo v příkladě 3 uvedené kopulační složky ekvivalentního množství sodné soli N-/gamma-sulfo-beta-hydroxypropyl/-2-methoxy-5-chloranilinu a jinak se postupuje stejně jako podle příkladu 3, získá se odpovídající barvivo podle vynálezu s velmi podobným odstínem a rovněž s velmi dobrými koloristickými vlastnostmi.

P ř í k l a d 4

Diazotace a kopulace se provádějí způsobem popsaným v příkladu 1, místo tam uvedené kopulační složky se však používá 31,6 dílů sodné soli N-beta-sulfoethyl-N-ethyl-2-methoxy-5-chloranilinu. Takto získaná azosloučenina se izoluje z kopulačního roztoku buď přidáním chloridu sodného nebo rozprašovacím sušením.

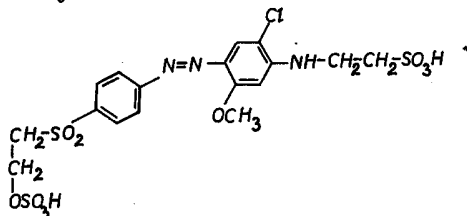
Získá se červený prášek, který obsahuje vedle elektrolytu sodou sůl azosloučeniny vzorce



Hodí se vynikajícím způsobem jako barvivo a poskytuje na bavlně a na vlně červené odstíny s nádechem do žluta, které mají velmi dobré stálosti.

P ř í k l a d 5

Provádí se diazotace 28,1 dílu 4-beta-sulfátoethylsulfonylanilinu podobně jako podle příkladu 1 a diazosuspenze se nechává pomalu vtékat do ochlazeného roztoku 28,75 dílů sodné soli N-beta-sulfoethyl-2-chlor-5-methoxyanilinu v 200 dílech vody, přičemž se udržuje hodnota pH kopulačního roztoku přidáním hydrogenuhličitanu sodného 5 až 6,5. Po ukončené kopulaci se vzniklá diazosloučenina izoluje rozprašovacím sušením. Získá se oranžový prášek, který obsahuje vedle elektrolytu sodnou sůl sloučeniny vzorce

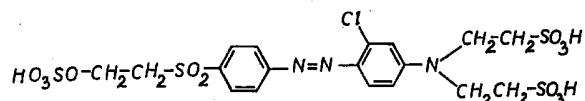


Je vhodná vynikajícím způsobem jako reaktivní barvivo k barvení a k potiskování bavlny a vlny a poskytuje čiré, zlatooranžové vybarvení a tisky, které mají dobrou stálost na světle a velmi dobré mokré stálosti.

P ř í k l a d 6

Diazotace 28,1 dílu 4-beta-sulfátoethylsulfonylanilinu se provádí způsobem podobným v příkladu 1.

Ke kopulaci se přidává 38,75 dílů disodné soli N,N-bis-/beta-sulfátoethyl/-3-chloranilinu, rozpuštěného ve 200 dílech vody a hodnota pH kopulačního roztoku se ponaáhlym přidáváním hydrogenuhlíčitanu sodného nastavuje na přibližně 5,5 až 6,0. Po ukončené kopulaci se vytvořená azosloučenina izoluje sozprašovacím sušením, Získá se oranžový prášek, který vedle elektrolytu obsahuje sodnou sůl sloučeniny vzorce



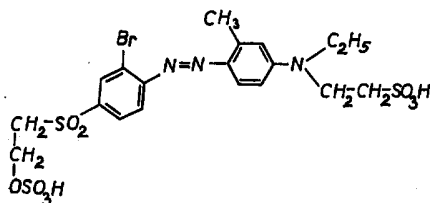
Je velmi dobře vhodná jako reaktivní barvivo k barvení (včetně potiskování) bavlny a vlny a poskytuje čirá zlatooranžová vybarvení a tisky s dobrou stálostí na světle a s velmi dobrými stálostmi ze mokra.

P ř í k l a d 7

36 Dílů 4-beta-sulfátoethylsulfonyl-2-bromynilinu se rozpustí ve 150 dílech vody za přidání 11,5 dílů hydrogenuhlíčitanu sodného; pak se přidá 20 objemových dílů vodného roztoku 5n dusitanu sodného. Tato směs se po ochlazení na teplotu 0 až 5 °C vlije do směsi 100 dílů ledu a 36 objemových dílů 31% kyseliny chlorovodíkové. Získaná diazosloučenina přitom částečně vypadne. Míchá se přibližně po další dobu jedné hodiny při teplotě 0 až 5 °C a pak se nadbytek kyseliny dusité rozruší amidosulfonovou kyselinou.

Ke kopulační reakci se tato diazosuspenze vnese v malých podílech do studeného roztoku 26,5 dílů sodné soli N-beta-sulfoethyl-N-ethyl-3-methynilinu ve 200 dílech vody a hodnota pH se vsypáním octanu sodného udržuje na 4 až 5.

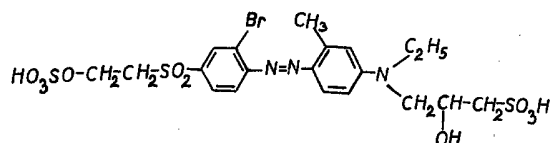
Vytvořená azosloučenina se z kopulačního roztoku izoluje buď přidáním chloridu sodného nebo rozprašovacím sušením. Získá se tmavo červený prášek, který obsahuje vedle elektrolytu sodnou sůl sloučeniny vzorce



Tato sloučenina je velmi dobře vhodná jako barvivo a poskytuje o sobě známými způsoby aplikace a fixace pro reaktivní barviva na bavlně a na vlně barevně silná, červená vybarvení a tisky s nádechem do žluta s dobrými stálostmi.

Příklad 8

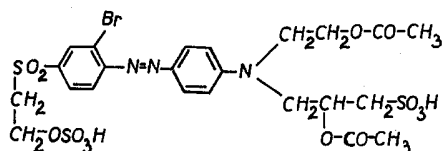
Jestliže se použije místo v příkladu použité kopulační složky 29,5 dílů sodné soli N-/gama-sulfo-beta-hydroxy-propyl/-N-ethyl-3-methylanilinu, získá se sodná sůl sloučeniny



Je to barvivo se stejně dobrými vlastnostmi a prakticky stejného odstínu jako barvivo podle příkladu 7.

Příklad 9

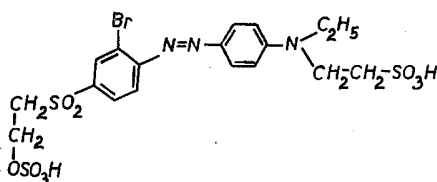
Diazotace a kopulace se provádějí způsobem popsaným v příkladu 7, místo tam uvedené kopulační složky se však používá 38,1 dílu sodné soli N-/gama-sulfo-beta-acetoxypetyl/-N-beta-acetoxypethylanilinu. Po vyloučení takto připravené azosloučeniny rozprašovací sušením se získá červený prášek, který obsahuje vedle elektrolytu sodou sůl sloučeniny vzorce



Poskytuje běžnými způsoby pro barvení reaktivními barvivy na bavlně a na vlně červená vybarvení a tisky s nádechem do žluta s dobrými obecnými stálostmi.

Příklad 10

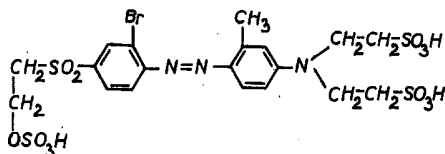
Diazotace a kopulace se provádějí způsobem popsaným v příkladu 7, místo tam uvedené kopulační složky se však použije 25,1 dílu sodné soli N-ethyl-N-sulfoethylanilinu. Po vyloučení takto připravené azosloučeniny chloridem draselným z kopulační násoy a usušení se získá červený prášek, který vedle elektrolytu obsahuje převážně draselnou sůl sloučeniny vzorce



Poskytuje způsobem aplikace a fixace, obvyklým pro reaktivní barviva na bavlně a na vlně čisté červené vybarvení a tisky s nádechem do žluta s dobrou stálostí na světle a s velmi dobrou stálostí při praní.

P ř í k l a d 11

Postupuje se způsobem diazotace a kopulace popsaným v příkladu 7, použije se však místo tam použité kopulační složky 36,7 dílů disodné soli N,N-bis-/beta-sulfoethyl-/3-methylanilinu. Po izolaci takto připravené azosloučeniny rozprašovacím sušením se získá červený prášek, který vedle elektrolytu obsahuje sloučeninu vzorce

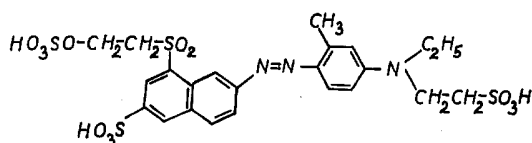


ve formě sodné soli. Způsobem běžným pro reaktivní barviva se na bavlně a na vlně získají červená vybarvení a tisky s nádechem do žluta s velmi dobrou stálostí při praní.

P ř í k l a d 12

41,1 dílu 2-amino-8-/beta-sulfatoethylsulfonyl/naftalen-6-sulfonové kyseliny se neutrálně rozpustí ve 200 dílech vody přidáním hydrogenuhlíčitanu sodného a smíchá se s 20 objemovými díly 5n roztoku dusitanu sodného. Tato směs se nechá pomalu vtéci do směsi z 200 dílů ledu a 35 dílů 31% kyseliny chlorovodíkové a diazotace se nechá pokračovat při teplotě přibližně 10 °C za jednohodinového míchání. Nadbytek kyseliny dusité se rozruší přidáním malého množství amidosulfonové kyseliny.

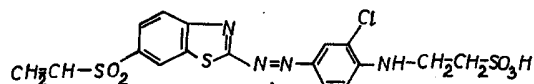
Do kopulační reakce se přidá chlazený roztok 26,5 dílů sodné soli N-beta-sulfoethyl-N-ethyl-3-methylanilinu ve 150 dílech vody; kopulace se vede ke konci nastavením hodnoty pH na 5,5 až 6 hydrogenuhlíčenem sodným. Vytvořená azosloučenina se izoluje rozprašovacím sušením. Získá se tmavočervený prášek, který vedle elektrolytu obsahuje sodnou sůl sloučeniny vzorce



Poskytuje na bavlně a na vlně způsobem barvení a tisku běžným pro reaktivní barviva velmi silná červená vybarvení a tisky s nádechem do žluta s dobrou stálostí na světle a s velmi dobrými mokřými stálostmi.

P ř í k l a d 13

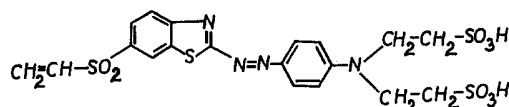
24 Díly 2-amino-6-vinylsulfonylbenzthiazolu se rozpustí ve 140 objemových dílech 85% kyseliny fosforečné za zahřívání a venkovním chlazením se ochladí na teplotu -5 °C. Vysypáním 6,9 dílů práškovitého dusitanu sodného se diazotuje při stejné teplotě; pak se ještě míchá po dobu dvou hodin. Pak se nechává pomalu přikapávat chlazený vodný roztok 25,75 dílů sodné soli N-/2-chlorfenyl/teaurinu při teplotě 0 °C, a míchá se při stejné teplotě po dobu přibližně dvou hodin. Vysrážená azosloučenina se odfiltruje, vmíchá se do vody a hodnota pH se nastaví hydrogenuhlíčenem sodným na přibližně 6; získaný roztok se kleruje při teplotě 50 až 60 °C křemelinou a azosloučenina se vyloučí při teplotě mítnosti chloridem draselným, odsaje a usuší se. Získá se temně červený, elektrolyt obsahující prášek, který obsahuje sůl alkalického kovu sloučeniny vzorce



Poskytuje při použití pro reaktivní barviva běžných způsobů fixace na bavlně a na vlně krycí, červená vybarvení s tisky s nádechem do modra s vysokou barevnou silou, která mají dobré všeobecné stálosti.

Příklad 14

Provádí se diazotace a kopulace způsobem popsaným v příkladu 13, jakožto kopulační složky se však používá 35,3 dílů disodné soli N,N-bis-/beta-sulfoethyl/anilinu. Vzniklá azosloučenina, která se izoluje rozprašovacím sušením je ve formě sodné soli a odpovídá vzorci



Hodí se vynikajícím způsobem jakožto reaktivní barviva a poskytují na bavlně a na vlně běžnými způsoby fixace fialová vybarvení a tisky s velmi dobrou stálostí při praní.

Příklad 15 až 78

V následujících tabelárních příkladech svými diazosložkami obecného vzorce II a kopulačními složkami obecného vzorce III charakterizované azosloučeniny obecného vzorce I podle vynálezu se mohou připravit podle vynálezu například způsobem podle shora uvedených příkladů.

Tyto s vláken reaktivní azosloučeniny, připravené způsobem podle vynálezu vykazují velmi dobré barvářské vlastnosti a poskytují vybarvení a tisky na v popisu uvedených vláknitých materiálech, zvláště na celulozových vláknitých materiálech a na vlně aplikačními a fixačními způsoby běžnými pro barviva reaktivní s vláknem s dobrými až velmi dobrými stálostmi uvedených odstínů na bavlně.

Příklad	Diazosložka podle vzorce II	Kopulační složka podle vzorce III	Odstín na bavlně
15	4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	3-chlor-N-/beta- sulfoethyl/anilin	zlato- oranžový
16	4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	2,5-dichlor-N- -/beta-sulfoethyl/- anilin	zlato- žlutý
17	4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	2-methyl-N-/beta- sulfoethyl/anilin	zlato- oranžový
18	4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	2,6-dimethyl-N-/be- ta-sulfoethyl/ani- lin	oranžový s nádechem do žluta

Příklad	Diazosložka podle vzorce II	Kopulační složka podle vzorce III	Odstín na bavlně
19	4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	2,3-dichlor-N- -/beta-sulfoethyl/- anilin	oranžový s nádechem do žluta
20	4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	2-chlor-5-methyl- -N-/beta-sulfoethyl/- anilin	zleto- žlutý
21	4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	3-methoxy-N-/beta- sulfoethyl/ani- lin	hnědý s nádechem do žluta
22	4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	N-ethyl-N-/beta- -sulfoethyl/anilin	oranžový s nádechem do žluta
23	4-beta-sulfoethyl- sulfonylanilin	2-methoxy-5-chlor- -N-/beta-hydroxy- ethyl/-N-/beta-sul- foethyl/anilin	červený s nádechem do žluta
24	4-vinylsulfonyl- anilin	2-methoxy-N-/beta- sulfoethyl/anilin	oranžový
25	4-beta-fosfáto- ethylsulfonyl- anilin	N-butyl-N-/beta- sulfoethyl/anilin	oranžový s nádechem do žluta
26	2-sulfo-4-beta- sulfátoethylsul- fonylanilin	2,5-dichlor-N-/be- ta-sulfoethyl/- anilin	oranžový s nádechem do žluta
27	2-sulfo-4-beta- sulfátoethylsul- fonylanilin	3-methyl-N-benzyl- -N-/beta-sulfoethyl/- anilin	červený s nádechem do žluta
28	2-brom-4-beta- sulfátoethyl- sulfonylanilin	3-methyl-N-/beta- hydroxyethyl/-N/be- ta-sulfoethyl/anilin	červený s nádechem žluta
29	2-brom-4-beta- sulfátoethyl- sulfonylanilin	N-/beta-hydroxy-beta- fenylethyl/-N-/beta- sulfoethyl/anilin	červený s nádechem do žluta
30	2-methoxy-5-methyl- 4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	2,5-dichlor-N-/beta- sulfoethyl/anilin	červený s nádechem do žluta
31	2-methoxy-5-methyl- 4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	2-methyl-5-chlor- N-/beta-sulfoethyl/- anilin	oranžový
32	2-methoxy-5-beta- sulfátoethylsulfo- nylanilin	2,3-dichlor-N-/beta- sulfoethyl/anilin	oranžový s nádechem do žluta
33	2,6-dichlor-4-beta- sulfátoethylsulfonyl- anilin	N-/beta-sulfoethyl/- anilin	oranžový s nádechem do žluta

Příklad	Diazosložka podle vzorce II	Kopulační složka podle vzorce III	Odstín na bavlně
34	4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	N-/beta-acetoxyethyl/- -N-/beta-sulfoethyl/- anilin	oranžový s nádechem do žluta
35	4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	3-methyl-N-/beta- kyanoethyl/-N-beta- sulfoethyl/anilin	oranžový
36	4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	3-chlor-N-/beta-kar- boxyethyl/-N-/beta- sulfoethyl/anilin	oranžový s nádechem do žluta
37	2-nitro-4-beta-sul- fátoethylsulfonyl- anilin	3-chlor-N-/beta-hyd- roxyethyl/-N-/beta- sulfoethyl/anilin	červený
38	2-beta-sulfátoethyl- sulfonyl-4-nitroani- lin	3-methyl-N-/beta- acetoxyethyl/-N- -/beta-sulfoethyl/- anilin	červený s nádechem do modra
39	3-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	N-/2-chlorprop-1- en-3-yl/N-/beta- sulfoethyl/anilin	oranžový s nádechem do žluta
40	2-methoxy-4-beta sulfátoethylsulfo- nylanilin	3-methyl-N-ethyl- N-/beta-sulfoethyl/- anilin	oranžový
41	2,5-dimethoxy-4- beta-sulfátoethylsul- fonylanilin	N-methyl-N-/beta- sulfoethyl/anilin	oranžový
42	2-karboxy-4-beta- sulfátoethylsulfo- nylanilin	3-chlor-N-/beta-acet- oxyethyl/-N-/beta- sulfoethylanilin	oranžový
43	2,6-dimethyl-4-beta- sulfátoethylsulfonyl- anilin	N-/beta-sulfoethyl/- anilin	oranžový
44	2-chlor-6-methyl-4- beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	N-/beta-sulfoethyl/- anilin	oranžový
45	2-brom-5-beta-sul- fátoethylsulfonyl- anilin	N-methyl-N-/beta- sulfoethyl/anilin	oranžový
46	2,5-dichlor-4- beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	N-/beta-hydroxyethyl/- -N-/beta-sulfo- ethyl/anilin	oranžový s nádechem do červena
47	2,6-dibrom-4-beta- sulfátoethylsul- fonylanilin	N-/beta-sulfoethyl/- anilin	oranžový
48	8-beta-sulfátoethyl- sulfonyl-2-naftyl- amin-6-sulfonová kyselina	2-methoxy-5-chlor- -N-/beta-sulfoethyl/- anilin	červený s nádechem d žluta

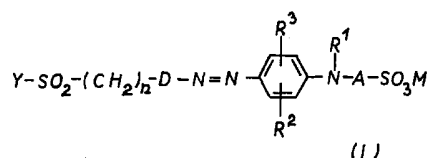
Příklad	Diazosložka podle vzorce II	Kopulační složka podle vzorce III	Odstín na bavlně
49	8-beta-sulfátoethyl- sulfonyl-2-naftyl- amin-6-sulfonová kyselina	N-/2-bromprop-1-en- 3-yl/-N/beta-sulfo ethyl/anilin	červený s nádechem do žluta
50	6-beta-sulfátoethyl- sulfonyl-2-naftyl- amin-1-sulfonová kyselina	3-chlor-N-ethyl-N- -/beta-sulfoethyl/- anilin	červený
51	4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	2,5-dichlor-N- -/gamma-sulfo-beta- hydroxypropyl/- anilin	čistý zlatožlutý
52	4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	2-chlor-3-methyl- -N-/gamma-sulfo-be- ta-hydroxypropyl/- anilin	čistý oran- žový s ná- dechem do žluta
53	4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	N-ethyl-N-/gamma- sulfo-beta-hydroxy propyl/anilin	oranžový
54	4-beta-sulfátoethyl- sulfonylanilin	2-methoxy-5-chlor- -N-ethyl-N-/gamma- sulfo-beta-hydroxy- propyl/anilin	červený s nádechem do žluta
55	4-beta-fosfátoethyl- sulfoanilin	N-/beta-sulfo-alfa- methylethyl/ani- lin	oranžový s nádechem do žluta
56	4-vinylsulfonyl- anilin	N-ethyl-N-/gamma- sulfo-beta-hydroxy- propyl/anilin	oranžový
57	2-sulfo-4-beta- sulfátoethylsul- fonylanilin	3-chlor-N-/beta- chlorethyl/-N-/gamma- sulfo-beta-chlor propyl/anilin	oranžový
58	2-sulfo-4-beta- sulfátoethylsul- fonylanilin	3-methyl-N-/beta- hydroxy-beta-fenyl- ethyl/-N-/gamma-sul- fo-beta-hydroxy- propyl/anilin	oranžový s nádechem do červena
59	2-brom-4-beta-sul- fátoethylsulfonylani- lin	3-methyl-N-ethyl- N-/gamma-sulfo-be- ta-acetoxypřepyl/- anilin	červený s nádechem do žluta
60	2-brom-4-beta-sul- fátoethylsulfonylani- lin	2-methoxy-5-chlor- -N-/beta-hydroxyethyl/- -N-/gamma-sulfo-beta- hydroxypropyl/anilin	červený

Příklad	Diazosložka podle vzorce II	Kopulační složka podle vzorce III	Odstín na bavlně
61	2,6-dichlor-4-beta-sulfátoethylsulfonyl-anilin	N-/beta-sulfo-alfa-methylethyl/anilin	oranžový s nádechem do žluta
62	2-nitro-4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin	N-ethyl-N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl/anilin	červený
63	4-nitro-2-beta-sulfátoethylsulfonyl-anilin	3-methyl-N-methyl-N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl/anilin	červený s nádechem do modra
64	2-karboxy -4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin	3-chlor-N-/beta-kyenethyl/-N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl/-anilin	oranžový
65	2,6-dibrom-4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin	N-/beta-karboxyethyl/-N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl/anilin	oranžový
66	8-beta-sulfátoethylsulfonyl-2-aminonaf-talen-6-sulfonová kyselina	2-methoxy-5-chlor-N-/beta-sulfoethyl/ani-lin	červený s nádechem do žluta
67	6-beta-sulfátoethylsulfonyl-2-aminonaf-talen-1-sulfonová kyselina	2-methoxy-N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl/anilin	červený
68	8-beta-sulfátoethylsulfonyl-2-aminonaf-talen-6-sulfonová kyselina	3-chlor-N-/gama-sulfopropyl/anilin	oranžový s nádechem do červena
69	2-methoxy-4-beta-sulfátoethylsulfonyl-anilin	N-methyl-N-/beta-sulfo-alfa-methylethyl/-anilin	oranžový
70	2-methoxy-5-methyl-4-beta-sulfátoethylsulfonylanilin	3-methyl-N-ethyl-N-/gama-sulfopropyl/-anilin	červený s nádechem do žluta
71	6-vinylsulfonyl-2-aminobenzthiazol	2-chlor-N-/gama-sulfo-beta-hydroxypropyl/-anilin	červený s nádechem do modra
72	6-beta-sulfátoethylsulfonyl-2-amino-benzthiazol	N-ethyl-N-/gama-sulfopropyl/anilin	bordó
73	8-beta-sulfátoethylsulfonyl-2-aminonaf-talen	N,N-bis-/beta-sulfoethyl/-3-chloranilin	oranžový s nádechem do červena
74	8-beta-sulfátoethylsulfonyl-2-aminonaf-talen	N,N-bis/beta-sulfoethyl/3-methylanilin	červený s nádechem do žluta

Příklad	Diazosložka podle vzorce II	Kopulační složka podle vzorce III	Odstín na bavlně
75	4-/beta-sulfátoethyl- sulfonylmethyl/- anilin	N-/beta-hydroxyethyl- -N-/beta-sulfoethyl/- -3-chlorenilin	oranžový s nádechem do žluta
76	3,5-bis-/beta-sul- fátoethylsulfonyl- methyl/-4-methyl- anilin	N,N-bis-/gama-sulfo- beta-hydroxypropyl/- -3-chlorenilin	oranžový s nádechem do žluta
77	4-ω-/beta-sulfá- toethylsulfonyl/- ethylanilin	N-ethyl-N-/beta- sulfoethyl/-3- methylanilin	oranžový s nádechem do červena
78	5-/beta-sulfáto- ethylsulfonylmethyl/- -1-naftylamin	N,N-bis-/beta-sul- foethyl/anilin	oranžový s nádechem do červena

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy ve vodě rozpustných azosloučenin, obecného vzorce I



kde znamená

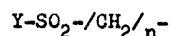
Y vinylovou skupinu nebo skupinu obecného vzorce $-CH_2-CH_2Z$

kde znamená

Z atom chloru, bromu nebo fluoru, alkanoyloxyskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, benzoyloxyskupinu, sulfobenzoyloxyskupinu, benzensulfonyloxyskupinu nebo toluensulfonyloxyskupinu, alkylsulfonylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylovém podílu nebo arylsulfonylaminoskupinu s 6 až 10 atomy uhlíku v arylovém podílu, fenoxyskupinu, dialkylaminoskupinu vždy s 2 až 4 atomy uhlíku v alkylovém podílu, thiosulfátoskupinu, fosfátoskupinu nebo sulfátoskupinu nebo hydroxyskupinu,

n nulu, číslo 1 nebo 2,

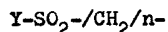
D fenylenovou skupinu popřípadě substituovanou jedním nebo dvěma substituenty ze souboru zahrnujícího alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxyskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, hydroxylovou skupinu, alkanoylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkanoylovém podílu, benzoylaminoskupinu, alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxyskupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, atomem chloru a/nebo sulfoskupinou substituovanou benzoylaminoskupinou; atom chloru, bromu, fluoru a karboxyskupinu a/nebo nitroskupinu a/nebo sulfoskupinu a/nebo skupinu obecného vzorce



kde

Y má shora uvedený význam a

- n znamená číslo 1 nebo 2,
 nebo znamená
 naftýlenovou skupinu popřípadě substituovanou jednou nebo dvěma sulfoskupinami,
 nebo znamená
 benzthiazol-2-ylovou skupinu, která obsahuje ve vázané formě v karbocyklickém kruhu
 shora uvedenou skupinu obecného vzorce



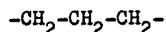
kde Y a n mají shora uvedený význam, a je popřípadě dále v tomto benzenovém jádru substituována jedním substituentem ze souboru zahrnujícího alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxykupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, hydroxylovou skupinu, alkynoylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, benzoylaminoskupinu, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxykupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, atomem chloru a/nebo sulfoskupinou substituovanou benzoylaminoskupinou, nitroskupinu, atom chloru, atom bromu a sulfoskupinu.

- R¹ atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkenylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku nebo fenylovou skupinou a/nebo hydroxylovou skupinou substituovanou alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, přičemž fenylový podíl je popřípadě substituován methylovou skupinou, methoxyskupinou a/nebo atomem chloru, nebo znamená kyselinou esterifikovanou hydroxyalkylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku v tomto alkylovém podílu, kyanalkylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku v alkylovém podílu, karboxy-, karbonamido- nebo karbalkoxyalkylenovou skupinu vždy s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylovém nebo v alkylenovém podílu, halogenalkylovou skupinu s 2 nebo 3 atomy uhlíku nebo halogenalkenylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku nebo skupinu obecného vzorce

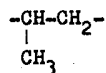


kde znamená

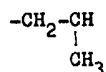
- A ethylenovou skupinu nebo propylenovou skupinu vzorce



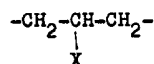
nebo vzorce



nebo vzorce



nebo vzorce



kde znamená

- X hydroxylovou skupinu nebo acyloxykupinu alkankarboxylové kyseliny s 1 až 4 atomy uhlíku nebo aromatické karboxylové kyseliny s 6 až 10 atomy uhlíku nebo alkylsulfonové kyseliny s 1 až 4 atomy uhlíku nebo aromatické sulfonové kyseliny nebo atom halogenu,
 R² atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxykupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, popřípadě substituovanou hydroxylovou skupinou, acetoxykupinou, karboxyskupinou, karbonamidovou skupinou, kyanoskupinou nebo atomem halogenu, nebo znamená atom halogenu nebo trifluormethylovou skupinu,
 R³ atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxykupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, popřípadě substituovanou hydroxylovou skupinou, acetoxykupinou, karboxysku-

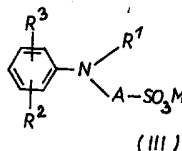
pinou, karbonamidovou skupinou, kyanoskupinou nebo atomem halogenu, nebo znamená atom halogenu,

M atom vodíku, sodíku nebo draslíku,

vyznačený tím, že se diazotuje sloučenina obecného vzorce II,



kde Y, n a D mají shora uvedený význam a kopuluje se s kopulační složkou obecného vzorce III



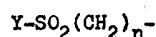
kde M, A, R¹, R² a R³ mají shora uvedený význam a popřípadě v případě, kdy Y znamená beta-hydroxyethylovou skupinu, azosloučeninu obecného vzorce I s touto beta-hydroxyethylovou skupinou se převádí suflatačním prostředkem na odpovídající azosloučeninu obecného vzorce I, kde Y znamená beta-sulfátoethylovou skupinu nebo se azosloučenina obecného vzorce I s touto beta-hydroxyethylovou skupinou převádí fosfatizačním prostředkem na odpovídající azosloučeninu obecného vzorce I, kde Y znamená beta-fosfátoethylovou skupinu popřípadě na jejich soli.

2. Způsob podle bodu 1 pro přípravu azosloučenin obecného vzorce I, kde Y, n, R², R³ a M mají v bodu 1 uvedený význam a kde znamená

D fenylenovou skupinu popřípadě substituovanou jedním nebo dvěma substituenty ze souboru zahrnujícího alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, hydroxylovou skupinu, alkanoylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylovém podílu, benzoylaminoskupinu substituovanou popřípadě alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, atomem chloru a/nebo sulfoskupinou, atom chloru, bromu nebo fluoru, karboxylovou skupinu a/nebo nitroskupinu, a/nebo sulfoskupinu,

nebo D znamená nyfthylenovou skupinu popřípadě substituovanou jednou nebo dvěma sulfoskupinami

nebo D znamená benzthiazol-2-ylovou skupinu, která obsahuje v karbocyklickém kruhu skupinu obecného vzorce



kde Y a n mají shora uvedený význam a je popřípadě dále v tomto benzenovém jádru substituováno jedním substituentem ze souboru zahrnujícího alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, hydroxylovou skupinu, alkanoylaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylovém podílu, benzoylaminoskupinu popřípadě substituovanou alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, atomem chloru a/nebo sulfoskupinou, nitroskupinou, atom chloru, atom bromu, a sulfoskupinou,

R¹ atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkenylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku, nebo methylovou skupinou a/nebo atomem chloru popřípadě substituovanou benzylovou nebo fenetylovou skupinou nebo hydroxyalkylovou skupinou s 2 až 4 atomy uhlíku, kyselinou esterifikovanou hydroxyalkylovou skupinou s 2 až 4 atomy uhlíku v alkylovém podílu nebo kyanosalkylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku v alkylovém podílu, karboxy-, karbonamido- nebo karbalkoxyalkylovou skupinu vždy s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylovém a v alkenylovém podílu nebo halogenalkylovou skupinu s 2 nebo 3 atomy uhlíku nebo halogenalkenylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku v alkenylovém podílu a

A ethylenovou skupinu,

vyznačený tím že se diazotuje sloučenina obecného vzorce II, kde Y, n a D mají shora uvedený význam a kopuluje se s kopulační složkou obecného vzorce III,

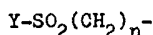
kde M, A, R¹, R² a R³ mají shora uvedený význam

a popřípadě v případě, kdy Y znamená beta-hydroxyethylovou skupinu, azosloučeninu obecného vzorce I s touto beta-hydroxyethylovou skupinou se převádí sulfatačním prostředkem na odpovídající azosloučeninu obecného vzorce I, kde Y znamená beta-sulfátoethylovou skupinu nebo se azosloučenina obecného vzorce I s touto beta-hydroxyethylovou skupinou převádí fosfatačním prostředkem na odpovídající azosloučeninu obecného vzorce I, kde Y znamená beta-fosfátoethylovou skupinu popřípadě na jejich soli.

3. Způsob podle bodu 1 pro výrobu ve vodě rozpustných azobarviv obecného vzorce I, kde Y, n, R², R³ a M mají v bodu 1 uvedený význam a D znamená fenylenovou skupinu popřípadě substituovanou jedním nebo dvěma substituenty ze souboru zahrnujícího alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, hydroxylovou skupinu, alkanoyloaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylovém podílu, benzoyloaminoskupinu substituovanou popřípadě alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, atomem chloru a/nebo sulfoskupinou, atom chloru, bromu nebo fluoru, karboxylovou skupinu a/nebo nitroskupinu a/nebo sulfoskupinu,

nebo D znamená naftylenovou skupinu popřípadě substituovanou jednou nebo dvěma sulfoskupinami

nebo D znamená benzthiazol-2-yllovou skupinu, která obsahuje v karbocyklickém kruhu skupinu obecného vzorce



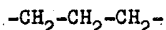
kde Y a n mají shora uvedený význam a je popřípadě dále v tomto benzenovém jádru substituována jedním substituentem ze souboru zahrnujícího alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, hydroxylovou skupinu, alkanoyloaminoskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylovém podílu, benzoyloaminoskupinu popřípadě substituovanou alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, atomem chloru, a/nebo sulfoskupinou, nitroskupinu, atom chloru, atom bromu, a sulfoskupinu,

R¹ atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkenylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku nebo alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku substituovanou fenylovou skupinou a/nebo hydroxylovou skupinou, přičemž je tento fenylový zbytek popřípadě substituován methylovou skupinou, methoxy skupinou a/nebo atomem chloru, nebo znamená kyselinou esterifikovanou hydroxyalkylovou skupinou s 2 až 4 atomy uhlíku v tomto alkylovém podílu, kyselalkylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku v alkylovém podílu, karboxy-, karbonamido- nebo karbalkoxyalkylenovou skupinu vždy s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylovém nebo alkylénovém podílu, halogenalkylovou skupinu s 2 nebo 3 atomy uhlíku nebo halogenalkenylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku nebo skupinu obecného vzorce



kde znamená

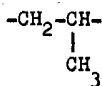
A ethylenovou skupinu nebo propylenovou skupinu vzorce



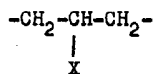
nebo vzorce



nebo vzorce



nebo vzorce

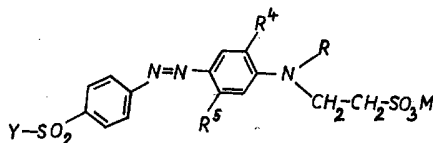


kde znamená

X hydroxylovou skupinu nebo alkanoyloxyskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkylovém podílu nebo benzoyloxyskupinu nebo alkylsulfonylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo fenylsulfonyloxyskupinu nebo atom halogenu,

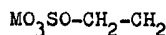
vyznačený tím, že se diazotuje sloučenina obecného vzorce II, kde Y, n a D mají shora uvedený význam a kopuluje se s kopulační složkou obecného vzorce III, kde M, A, R¹, R² a R³ mají shora uvedený význam, a popřípadě v případě, kdy Y znamená beta-hydroxyethylovou skupinu, azosloučenina obecného vzorce I s touto beta-hydroxyethylovou skupinou se převádí sulfatačním prostředkem na odpovídající azosloučeninu obecného vzorce I, kde Y znamená beta-sulfátoethylovou skupinu nebo se azosloučenina obecného vzorce I s touto beta-hydroxyethylovou skupinou převádí fosfatizačním prostředkem na odpovídající azosloučeninu obecného vzorce I, kde Y znamená beta-fosfátoethylovou skupinu popřípadě na jejich soli.

4. Způsob podle bodu 2 pro přípravu azosloučenin obecného vzorce



kde znamená

Y vinylovou skupinu nebo beta-sulfátoethylovou skupinu obecného vzorce



kde znamená M skupinu definovanou v bodu 1

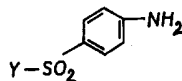
R⁴ atom vodíku nebo methylovou skupinu nebo methoxyskupinu,

R⁵ atom vodíku nebo chloru,

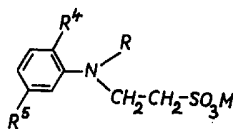
R atom vodíku nebo ethylovou skupinu a

M má v bodu 1 uvedený význam,

vyznačený tím, že se diazotuje sloučenina obecného vzorce

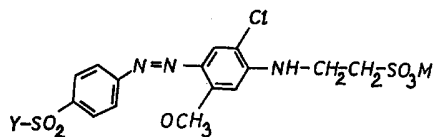


kde Y má shora uvedený význam, a kopuluje se se sloučeninou obecného vzorce



kde R , R^4 , R^5 a M mají shora uvedený význam.

5. Způsob podle bodu 2 pro přípravu azosloučenina obecného vzorce

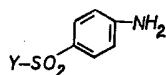


kde znamená

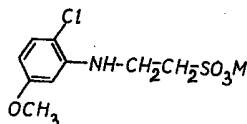
Y vinylovou skupinu nebo beta-sulfátoethylovou skupinu a

M má v bodu 1 uvedený význam

vyznačený tím, že se diazotuje sloučenina obecného vzorce

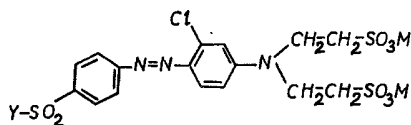


kde Y má shora uvedený význam, a kopuluje se se sloučeninou obecného vzorce



kde M má shora uvedený význam.

6. Způsob podle bodu 3 pro přípravu azosloučeniny obecného vzorce

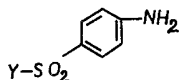


kde znamená

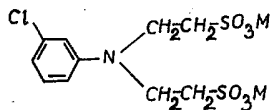
Y vinylovou nebo beta-sulfátoethylovou skupinu a

M má v bodu 1 uvedený význam,

vyznačený tím, že se diazotuje sloučenina obecného vzorce

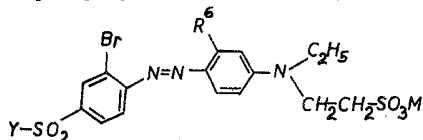


kde Y má shora uvedený význam a kopuluje se se sloučeninami obecného vzorce



kde M má shora uvedený význam.

7. Způsob podle bodu 2 pro přípravu azosloučeniny obecného vzorce



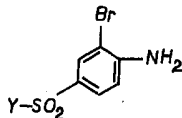
kde znamená

Y vinylovou skupinu nebo beta-sulfátoethylovou skupinu,

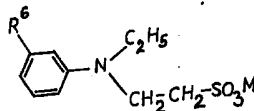
M má význam uvedený v bodu 1 a

R⁶ znamená atom vodíku nebo methylovou skupinu,

vyznačený tím, že se diazotuje sloučenina obecného vzorce

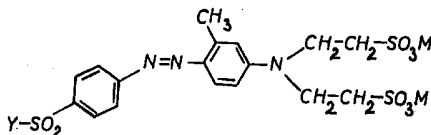


kde Y má shora uvedený význam a kopuluje se se sloučeninou obecného vzorce



kde R⁶ má shora uvedený význam.

8. Způsob podle bodu 1 pro přípravu azosloučeniny obecného vzorce

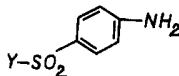


kde znamená

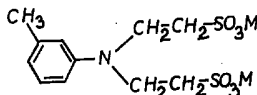
Y vinylovou skupinu nebo beta-sulfátoethylovou skupinu,

M má význam uvedený v bodu 1,

vyznačený tím, že se diazotuje sloučenina obecného vzorce



kde Y má shora uvedený význam a kopuluje se se sloučeninou obecného vzorce



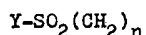
kde M má shora uvedený význam.

9. Způsob podle bodu 1 pro přípravu azosloučeniny obecného vzorce I, kde znamená

Y vinylovou skupinu, beta-sulfátoethylovou skupinu, beta-chlorethylovou skupinu, beta-acetoxyethylovou skupinu, beta-thiosulfátoethylovou skupinu, nebo beta-fosfátoethylovou skupinu,

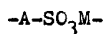
n nulu,

D fenylenovou skupinu popřípadě substituovanou jedním nebo dvěma substituenty ze souboru zahrnujícího alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkanoylamino skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkanoylovém podílu, atom chloru, atom bromu a karboxy skupinu a/nebo nitro skupinu a/nebo sulfo skupinu, nebo znamená naftylenovou skupinu substituovanou popřípadě jednou sulfo skupinou nebo znamená benzthiazol-2-yllovou skupinu, která obsahuje ve vázané formě v karbocyklickém kruhu v bodu 1 definovanou skupinu obecného vzorce



a je popřípadě v tomto benzenovém jádru dále substituována alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, atomem chloru nebo sulfoskupinou,

R^1 atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, benzylovou skupinu, alkylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku substituovanou fenylovou skupinou, hydroxylovou skupinou, acetoxy skupinou, propionyloxy skupinou, kyanoskupinou, karboxy skupinou, karbonamidoskupinou nebo atomem chloru, nebo znamená chloralkenylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku, nebo bromalkenylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku nebo znamená skupinu obecného vzorce



kde znamená

A ethylenovou skupinu nebo propylenovou skupinu charakterizovanou v bodu 1, přičemž X znamená hydroxylovou skupinu, acetoxy skupinu nebo propionyloxy skupinu nebo atom chloru nebo atom bromu a

R^2 , R^3 a M mají v bodu 1 uvedený význam,

vyznačený tím, že se diazotuje sloučenina obecného vzorce II, kde Y a D mají shora uvedený význam a kopuluje se se sloučeninou obecného vzorce III, kde R^1 , R^2 , R^3 , A a M mají shora uvedený význam.

10. Způsob podle bodů 2, 4, 5 a 7 pro přípravu azosloučeniny v bodu 2, 4, 5 a 7 uvedených obecných vzorců, kde jednotlivé symboly mají vždy v bodu 2, 4, 5 a 7 uvedený význam a a Y znamená vždy beta-sulfátoethylovou skupinu, vyznačený tím, že se diazotuje vždy uvedená aminosloučenina, kde jednotlivé symboly mají význam podle uvedených bodů a Y znamená vždy beta-sulfátoethylovou skupinu a kopuluje se s příslušnou kopulační složkou.

11. Způsob podle bodů 3, 6, 8, 9 pro přípravu azosloučeniny v bodu 3, 6, 8, 9 uvedených obecných vzorců, kde jednotlivé symboly mají vždy v bodu 3, 6, 8, 9 uvedený význam a Y znamená vždy beta-sulfátoethylovou skupinu, vyznačený tím, že se diazotuje vždy uvedená aminosloučenina, kde jednotlivé symboly mají význam podle uvedených bodů a Y znamená vždy beta-sulfátoethylovou skupinu a kopuluje se s příslušnou kopulační složkou.