



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

① CH 653 698 A5

⑤ Int. Cl.4: C 09 B 57/00
D 21 H 1/46
D 21 H 3/80

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

⑫ PATENTSCHRIFT A5

⑳ Gesuchsnummer: 1867/83

⑦③ Inhaber:
CIBA-GEIGY AG, Basel

㉒ Anmeldungsdatum: 07.04.1983

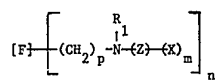
㉔ Patent erteilt: 15.01.1986

④⑤ Patentschrift
veröffentlicht: 15.01.1986

⑦② Erfinder:
Adam, Jean-Marie, Dr., Rosenau (FR)

⑤④ Organische Farbstoffe, deren Herstellung und Verwendung.

⑤⑦ Die neuen organischen Farbstoffe entsprechen der Formel



worin bedeuten:

F den Rest eines organischen chromophoren Systems;

p die Zahlen 1, 2 oder 3;

R₁ Wasserstoff oder C₁-C₆-Alkyl;

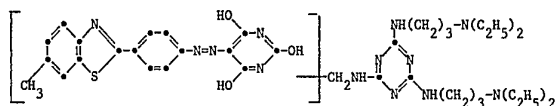
Z einen gegebenenfalls durch Halogen substituierten Diazin- oder Triazinrest;

X einen sekundären oder tertiären Aminrest, der gegebenenfalls eine quaternäre Ammoniumgruppe enthält;

m die Zahlen 1, 2 oder 3; und

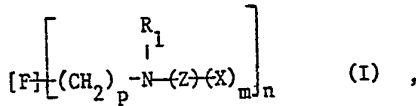
n die Zahlen 1 bis 6.

Sie eignen sich zum Färben und Bedrucken von Textilmaterialien und Leder sowie vor allem von Papier. Ein markanter Vertreter dieser Verbindungsklasse entspricht der Formel



PATENTANSPRÜCHE

1. Organische Farbstoffe der Formel I



worin bedeuten

F den Rest eines organischen chromophoren Systems;

p die Zahlen 1, 2 oder 3;

R₁ Wasserstoff oder C₁-C₆-Alkyl;

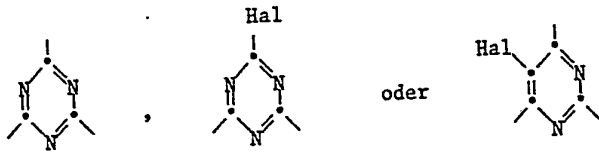
Z einen gegebenenfalls durch Halogen substituierten Diazin- oder Triazinrest;

X einen sekundären oder tertiären Aminrest, der gegebenenfalls eine quaternäre Ammoniumgruppe enthält;

m die Zahlen 1, 2 oder 3; und

n die Zahlen 1 bis inklusive 6.

2. Organische Farbstoffe gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass Z einen Rest der Formel



worin Hal ein Halogenatom bedeutet, dargestellt.

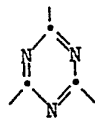
3. Organische Farbstoffe gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass F den Rest einer Monoazo-, Disazo-, Polyazo-, Chinophthalon-, Bisdioxazin-, 5,6-Aryl-2-pyran-, Naphtholactam-, Triphenylmethan-, Xanthen-, Phthalocyanin-, Indigoid-, Anthrachinon-, höher anellierten Carbonyl-, Chinacridon-, Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäurediimid-, Anthrapyrimidin-, Pyrazolanthron-, Diaminonaphthochinon- oder Naphtalin-1,4,5,8-tetracarbonsäurediimid-Verbindung darstellt.

4. Organische Farbstoffe gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass F den Rest einer Chinophthalon- oder Azoverbindung bedeutet.

5. Organische Farbstoffe gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass p die Zahl 1 bedeutet.

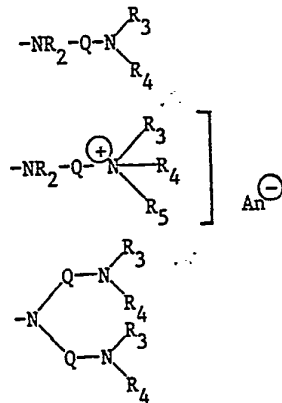
6. Organische Farbstoffe gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass R₁ Wasserstoff bedeutet.

7. Organische Farbstoffe gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass Z den Rest der Formel

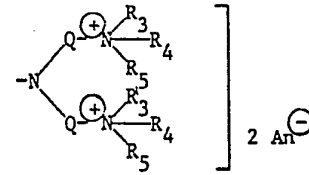


bedeutet.

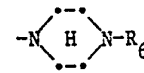
8. Organische Farbstoffe gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass X einen der folgenden Aminreste darstellt,



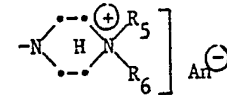
5



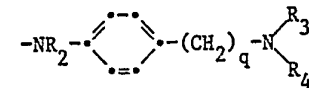
10



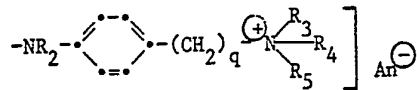
15



20



25



worin

R₂ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl,

R₃, R₄, R₅ und R₆ unabhängig voneinander Wasserstoff, gegebenenfalls substituiertes C₁-C₆-Alkyl oder Cycloalkyl darstellen oder

R₃ und R₄ oder R₃ und R₄ und R₅ zusammen unter Einschluss des N-Atoms einen heterocyclischen Ring bilden können,

Q unabhängig voneinander C₁-C₁₂-Alkylen, welches gegebenenfalls ein- oder mehrmals durch -O- und/oder -NR₁- unterbrochen sein kann,

q die Zahlen 0 oder 1, und

An[⊖] ein Anion darstellt.

9. Organische Farbstoffe gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass m die Zahl 2 darstellt.

10. Organische Farbstoffe gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass n die Zahl 1 oder 2 darstellt.

11. Organische Farbstoffe gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass bedeuten:

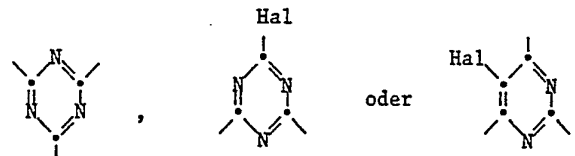
F den Rest einer Chinophthalon- oder Azoverbindung,

p die Zahl 1,

R₁ Wasserstoff,

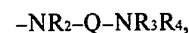
Z einen Rest der Formel

55



worin Hal ein Halogenatom bedeutet,

X den Rest der Formel



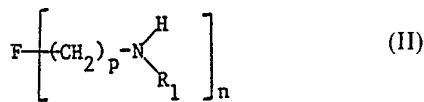
worin

R₂, Q, R₃ und R₄ die im Anspruch 8 angegebene Bedeutung haben,

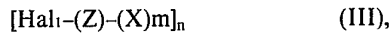
m die Zahl 2, und

n die Zahlen 1 oder 2.

12. Verfahren zur Herstellung von organischen Farbstoffen der Formel I, gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man eine Verbindung der Formel II



mit einer Verbindung der Formel III

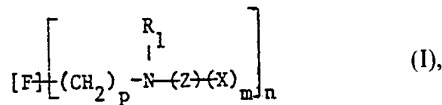


worin die Symbole F, p, R₁, n, Z, X und m die im Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben und Hal₁ ein Halogenatom darstellt, kondensiert.

13. Verfahren zum Färben und Bedrucken von Papier, Halbkartons und Kartons unter Verwendung einer Verbindung der Formel I.

Die Erfindung betrifft neue organische Farbstoffe, Verfahren zu deren Herstellung sowie deren Verwendung zum Färben und Bedrucken von Papier.

Die neuen organischen Farbstoffe entsprechen der Formel



worin bedeuten:

F den Rest eines organischen chromophoren Systems;

p die Zahlen 1, 2 oder 3, insbesondere 1;

R₁ Wasserstoff oder C₁-C₆-Alkyl;

Z einen gegebenenfalls durch Halogen substituierten Diazin- oder Triazinrest;

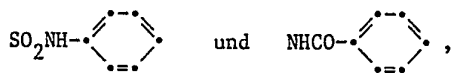
X einen sekundären oder tertiären Aminrest der gegebenenfalls eine quaternäre Ammoniumgruppe enthält;

m die Zahlen 1, 2 oder 3, insbesondere 2; und

n die Zahlen 1 bis inklusive 6, insbesondere 1 oder 2.

Bei dem für F definierten Rest eines organischen chromophoren Systems handelt es sich beispielsweise um einen Monoazo-, Disazo-, Polyazo-, Chinophthalon-, Bisdioxazin-, 5,6-Aryl-2-pyran-, Naphtholactam-, Triphenylmethan-, Xanthen-, Phthalocyanin-, Indigoid-, Anthrachinon-, höher anelierten Carbonyl-, Chinacridon-, Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäurediimid-, Anthrapyrimidin-, Pyrazolanthron-, Diaminonaphthochinon- oder Naphthalin-1,4,5,8-tetracarbonsäurediimid-Rest.

Alle diese Reste können z.B. durch folgende Substituenten substituiert sein: C₁-C₄-Alkyl (unverzweigt oder verzweigt), z.B. Methyl, Äthyl, iso-Propyl, n-Propyl; C₁-C₄-Alkoxy (unverzweigt oder verzweigt), z.B. Methoxy, Äthoxy, n-Propoxy, tert.-Butoxy; Phenoxy; SO₂NH-Alkyl-C₁-C₄, NHCO-Alkyl-C₁-C₄,



wobei die Phenylreste gegebenenfalls substituiert sein können (z.B. durch C₁-C₄-Alkyl).

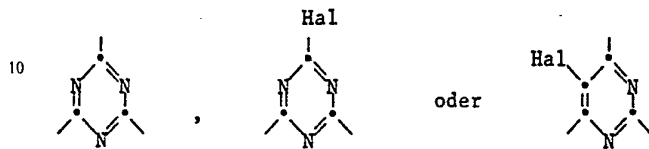
In den bevorzugten organischen Verbindungen bedeutet F den Rest einer Chinophthalon- oder Azo-, vor allem Monoazo-Verbindung.

R₁ in der Bedeutung eines C₁-C₆-Alkylrestes stellt sowohl einen unverzweigten oder verzweigten Alkylrest dar; genannt

sind beispielsweise: der Methyl-, Äthyl-, n-Propyl-, iso-Propyl-, n-Butyl-, tert.-Butyl-, n- und iso-Hexylrest.

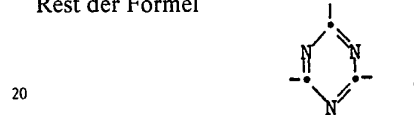
In bevorzugten organischen Verbindungen bedeutet R₁ Wasserstoff.

5 Z in der Bedeutung eines Diazin- oder Triazin-Restes stellt einen (m + 1) wertigen Rest dar, wie beispielsweise einen Rest der Formel

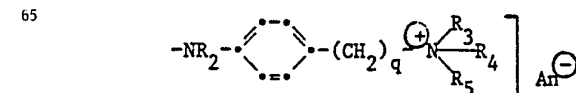
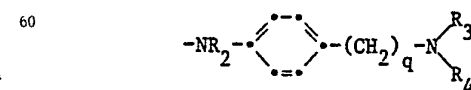
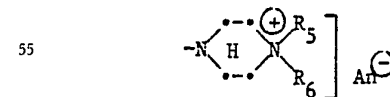
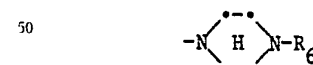
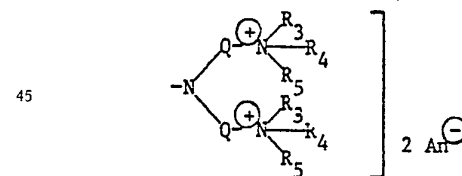
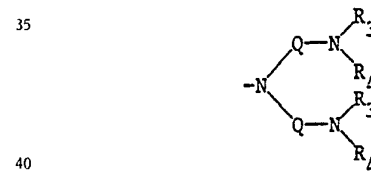
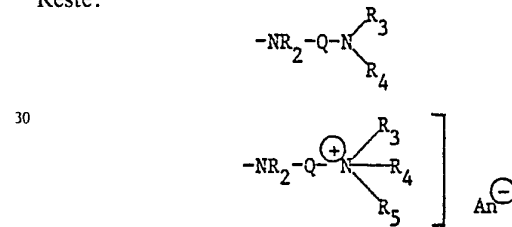


15 worin Hal ein Halogenatom (z.B. F, Cl, Br) bedeutet.

In bevorzugten organischen Farbstoffen bedeutet Z den Rest der Formel



25 Bei X in der Bedeutung eines sekundären oder tertiären Aminrestes, der gegebenenfalls durch eine quaternäre Ammoniumgruppe substituiert sein kann, und welcher m-mal an Z gebunden ist, handelt es sich beispielsweise um folgende Reste:

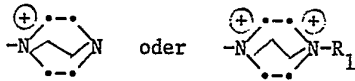


worin

R₂ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl (unverzweigt oder verzweigt);

R₃, R₄, R₅ und R₆ unabhängig voneinander Wasserstoff, gegebenenfalls z.B. durch CN, OH, NH₂, Phenyl, Halogenphenyl, C₁-C₄-Alkylphenyl oder C₁-C₄-Alkoxyphenyl substituiertes C₁-C₆-Alkyl (unverzweigt oder verzweigt) oder Cycloalkyl, insbesondere C₅-C₆-Cycloalkyl, vor allem Cyclohexyl, darstellen oder

R₃ und R₄ oder R₃ und R₄ und R₅ zusammen unter Einschluss des N-Atoms einen heterocyclischen Ring (wie Pyrrolidin, Piperidin, Morpholin, gegebenenfalls substituiertes (z.B. durch C₁-C₄-Alkyl, NH₂, OH) Pyridin oder



bilden können,

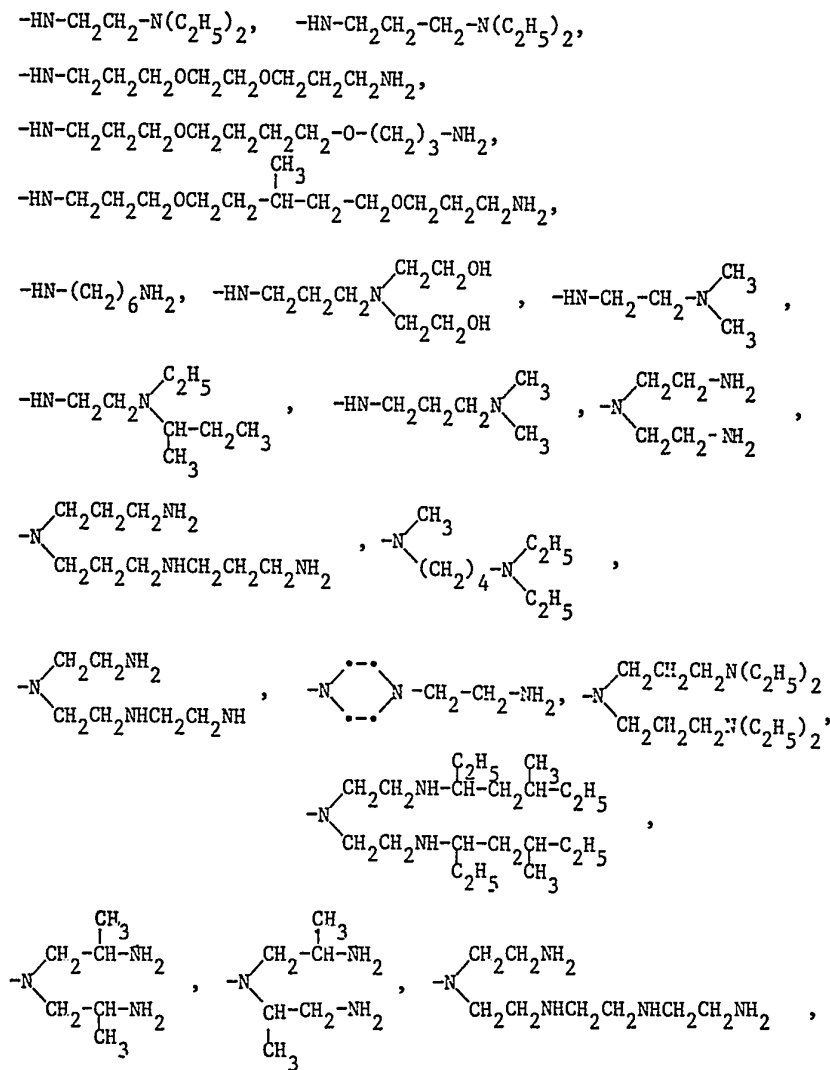
Q unabhängig voneinander C₁-C₁₂-Alkylen (unverzweigt oder verzweigt), welches gegebenenfalls durch -O- und/oder -NR₁- ein- oder mehrmals unterbrochen sein kann, q die Zahlen 0 oder 1, und

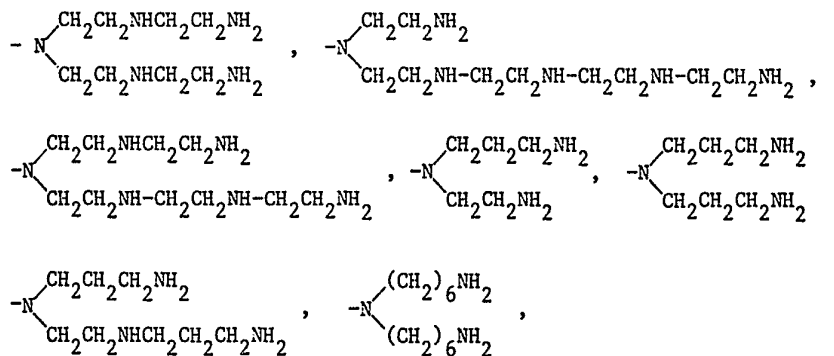
5 An[⊖] ein Anion, darstellt.

Als Anionen An[⊖] kommen sowohl anorganische wie organische Anionen in Frage; beispielsweise sind genannt: Halogenid-, wie Chlorid-, Bromid- oder Jodid-, Bortetrafluorid-, Sulfat-, Methylsulfat-, Aminosulfat-, Perchlorat-, Carbonat-, 10 Bicarbonat-, Phosphat-, Phosphormolybdat-, Phosphorwolframat-, Phosphorwolframmolybdat-, Benzolsulfonat-, Naphthalinsulfonat-, 4-Chlorbenzolsulfonat-, Oxalat-, Maleinat-, Acetat-, Propionat-, Lactat-, Succinat-, Chloracetat-, Tartrat-, Methansulfonat- oder Benzooationen, oder komplexe 15 Anionen, wie das von Chlorzinkdoppelsalzen.

Bevorzugte Anionen sind in Abhängigkeit von der Verwendungsart der Verbindungen, z.B. das Acetat- und Chloridion (für Textil- und Papiermaterialien); und das Chlorid-ion für die Tintenbereitung.

20 Aus der Vielzahl der möglichen Reste X sind die folgenden namentlich genannt:





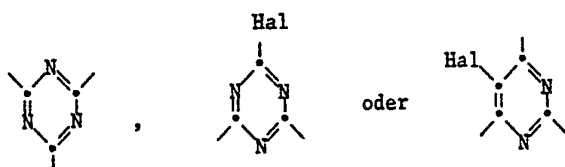
In einer bevorzugten Klasse von organischen Verbindungen bedeutet:

F den Rest eines Chinophthalons oder einer Azo-, vor allem Monoazo-Verbindung,

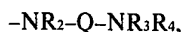
p die Zahl 1,

R₁ Wasserstoff,

Z einen Rest der Formel



worin Hal ein Halogenatom bedeutet,
X den Rest der Formel



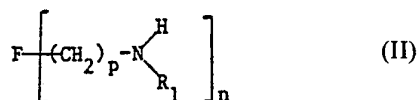
worin

R₂, Q, R₃ und R₄ die angegebene Bedeutung haben,

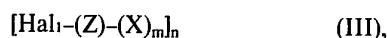
m die Zahl 2, und

n die Zahlen 1 oder 2.

Die erfindungsgemässen organischen Farbstoffe der Formel I werden im allgemeinen hergestellt, indem man eine Verbindung der Formel II



mit einer Verbindung der Formel III



worin die Symbole F, p, R₁ · n, Z, X und m die angegebene Bedeutung haben und Hal₁ ein Halogenatom darstellt, kondensiert.

Bei den Herstellungsverfahren handelt es sich um an sich bekannte Verfahren. Demzufolge wird die Kondensationsreaktion der Verbindung II mit III in an sich üblicher Weise, in Gegenwart einer Base, wie beispielsweise Natriumacetat, bei erhöhter Temperatur durchgeführt.

Die Ausgangsverbindungen der Formel II sind teilweise bekannt und werden nach bekannter Art und Weise hergestellt, z.B. durch Umsetzen der Verbindungen F-H mit N-Methylolcarbonsäureamiden in Gegenwart von wasserentziehenden Mitteln und anschliessender Hydrolyse. Als N-Methylolcarbonsäureamide kommen vor allem die der niederen aliphatischen Carbonsäuren wie N-Methylolformamid und N-Methylolacetamid in Betracht. Eine weitere Möglichkeit der Herstellung der Verbindung II besteht darin, dass

15

man die Verbindung F-H mit Formaldehyd und einem Carbonsäureamid umsetzt und anschliessend verseift.

Als wasserentziehendes Mittel kommt z.B. konz. Schwefelsäure oder 85%ige wässrige Phosphorsäure in Frage. Die Umsetzung erfolgt vorzugsweise in konzentrierter Schwefelsäure, die gleichzeitig auch als Reaktionsmedium dient.

Die Umsetzung wird bei Temperaturen von 0 bis 80 °C, bevorzugt bei 5 bis 30 °C, durchgeführt. Die Hydrolyse erfolgt in verdünnter Mineralsäure, bevorzugt in verdünnter (z.B. 50%iger) Schwefelsäure, bei 60 bis 90 °C.

Die Ausgangsverbindungen der Formel III sind ebenfalls teilweise bekannt und können nach bekannten Methoden aus einer mindestens zwei Halogenatome aufweisenden Diazin- oder Triazinverbindung mit einer Verbindung H-X durch

25
30 Kondensation erhalten werden.

Die neuen organischen Farbstoffe der Formel I und ihre Salze werden sowohl als Pulver- bzw. Granulat-Präparationen als auch in Form von konzentrierten Lösungen zum Einsatz gebracht. Pulver-Präparationen werden in üblicher Weise mit Stellmaterialien wie Natriumsulfat, -phosphat, -chlorid, -acetat in Gegenwart von Entstaubungsmitteln eingestellt, oder die organischen Verbindungen werden direkt als Sprühtrocknungspräparationen in den Handel gebracht. Konzentrierte Lösungen können wässriger oder wässrig/organischer Art sein, wobei übliche und möglichst gut abbaubare Zusätze bevorzugt werden, wie organische Säuren, vorzugsweise Essigsäure, Ameisensäure, Milchsäure, Zitronensäure, Amide wie Formamid, Dimethylformamid, Harnstoff, Alkohole wie Glykol, Diglykol, Diglykoläther, vorzugsweise Methyl- oder Äthyläther.

Verwendung finden die neuen Farbstoffe der Formel I beispielsweise als Farbstoffe zum Färben und Bedrucken von Textilmaterialien, Papier, Leder und zur Bereitung von Tinten. Als Textilmaterialien kommen natürliche und synthetische kationisch anfärbbare Materialien in Frage. Beispiele dafür sind Textilmaterialien, die aus Homo- oder Mischpolymerisaten des Acrylnitrils bestehen oder synthetische Polyamide oder Polyester, welche durch saure Gruppen modifiziert sind. Man färbt diese Textilmaterialien vorzugsweise in wässrigem, neutralem oder saurem Medium nach dem Ausziehverfahren, gegebenenfalls unter Druck oder nach dem Kontinuerverfahren. Das Textilmaterial kann dabei in verschiedenartigster Form vorliegen, beispielsweise als Faser, Faden, Gewebe, Gewirke, Stückware und Fertigware wie Hemden oder Pullover.

Erfindungsgemäss werden die neuen Farbstoffe zum Färben und Bedrucken von Papier, Halbkarton und Karton in der Masse und in der Oberfläche eingesetzt.

Mit den erfindungsgemässen Farbstoffen lassen sich egale Färbungen bzw. Drucke herstellen, die sich durch sehr gute Allgemeinechtheiten, vor allem einen sehr hohen Ausziehgrad und gute Wasserechtheiten auszeichnen.

Des weiteren können die neuen Farbstoffe der Formel I

auch zum Färben und Bedrucken von natürlichen und regenerierten Cellulosematerialien, vor allem von Baumwolle und Viscose, verwendet werden, wobei man ebenfalls farbstarke Ausfärbungen erhält.

Die neuen Farbstoffe der Formel I haben auf diesen Textilmaterialien ein gutes Ziehvermögen, einen guten Ausziehgrad und die erhaltenen Färbungen weisen sehr gute Echtheiten, vor allem Nassechtheiten auf.

Des weiteren können die neuen Verbindungen zum Färben von Polyacrylnitrilmaterialien in der Spinnmasse, und zum Färben von Polyacrylnitril-Nasskabel dienen. Sie können auch für Stempelfarben und im Jet-Printing eingesetzt werden.

Eine bevorzugte Verwendung der neuen Farbstoffe der Formel I liegt in der Anwendung zum Färben von Papier aller Arten, vor allem von gebleichtem, ungeleimtem und geleimtem ligninfreiem Papier, wobei von gebleichtem oder ungebleichtem Zellstoff ausgegangen werden kann und Laub- oder Nadelholz-Zellstoff, wie Birken- und/oder Kiefersulfid- und/oder Sulfat-Zellstoff verwendet werden kann. Ganz besonders geeignet sind diese Farbstoffe zum Färben von ungeleimtem Papier (z.B. Servietten, Tischdecken, hygienischen Papieren) als Folge ihrer sehr hohen Affinität zu diesem Substrat.

Die neuen Farbstoffe der Formel I ziehen auf diese Substrate sehr gut auf, wobei die Abwässer farblos bleiben, was ein grosser Vorteil insbesondere im Hinblick auf die heutigen Abwasser-Gesetze ist.

Die erhaltenen Färbungen zeichnen sich durch gute Allgemeinechtheiten aus, wie einer guten Lichtechtheit bei gleichzeitig hoher Klarheit und Farbstärke und Nassechtheit, d.h. sie zeigen keine Neigung zum Ausbluten, wenn gefärbtes Papier in nassem Zustand mit feuchtem weissem Papier in Berührung gebracht wird. Darüber hinaus weisen sie eine gute Alaun-, Säure- und Alkali-Echtheit auf. Die Nassechtheit bezieht sich nicht nur auf Wasser, sondern auch auf Milch-, Fruchtsäfte und gesüsste Mineralwasser; wegen ihrer guten Alkoholechtheit sind sie auch gegen alkoholische Getränke beständig. Diese Eigenschaft ist z.B. besonders für Servietten und Tischdecken erwünscht, bei denen vorhersehbar ist, dass das gefärbte Papier in nassem Zustand (z.B. getränkt mit Wasser, Alkohol, Tensid-Lösung usw.) in Berührung mit anderen Flächen wie Textilien, Papier oder dergleichen kommt, die gegen Verschmutzung geschützt werden müssen.

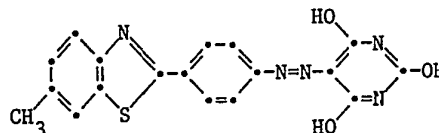
Die hohe Affinität für Papier und die grosse Ausziehgeschwindigkeit der neuen Farbstoffe ist für das Kontinuum-Färben von Papier von grossem Vorteil.

Schlussendlich können die neuen Farbstoffe der Formel I noch zum Färben von Leder (durch z.B. Sprühen, Bürsten und Tauchen) und zur Bereitung von Tinten verwendet werden.

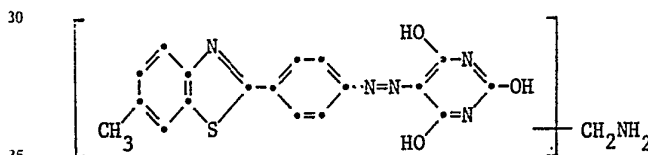
Die folgenden Beispiele veranschaulichen die Erfindung, ohne sie darauf zu limitieren. Teile (T) sind – sofern nichts anderes angegeben – Gewichtsteile und die Temperaturen sind in Grad Celsius angegeben.

10 Beispiel 1

a) 19 T der Monoazoverbindung der Formel

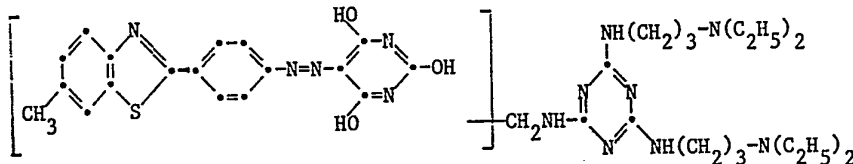


und 8 T N-Methylolchloracetamid werden bei 0–5° in 160 T Monohydrat eingetragen und bei Raumtemperatur gerührt, bis im Dünnschichtchromatogramm kein Ausgangsmaterial mehr vorhanden ist. Das Reaktionsgemisch wird dann mit 200 T Wasser verdünnt und 3 Std. auf 90° geheizt. Das ausgefallene Reaktionsprodukt der Formel 1



wird dann abgenutscht und mit Wasser neutral gewaschen und getrocknet.

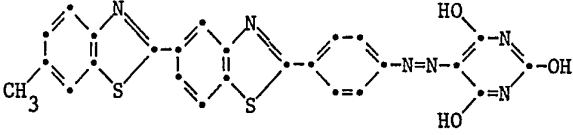
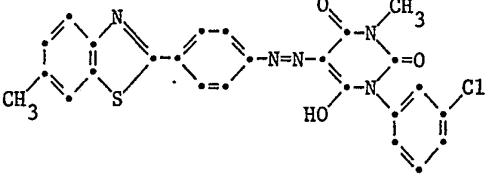
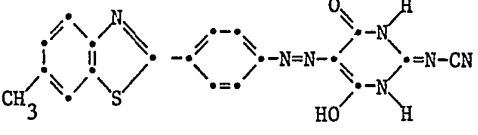
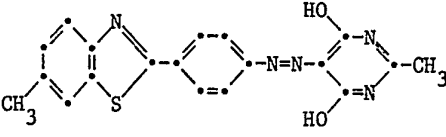
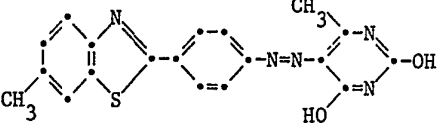
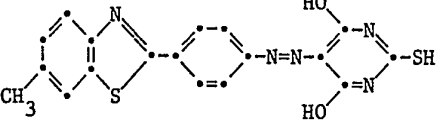
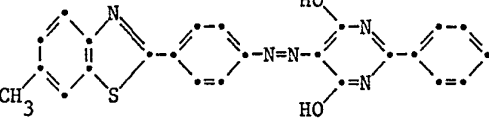
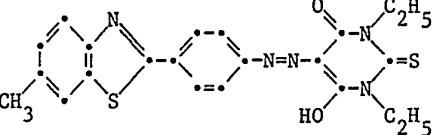
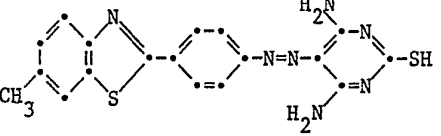
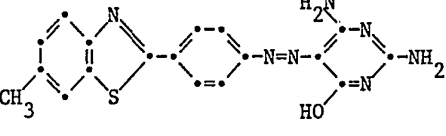
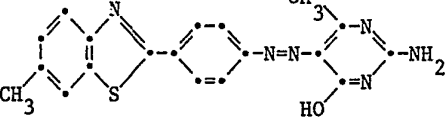
b) 11 T des Kondensationsproduktes von Cyanurchlorid mit 2 Mol N,N-Diäthylaminopropylamin werden in 100 T Wasser mit 7 T HCl konz. gelöst und mit 12 T der Verbindung gemäss Beispiel 1 a) und 7 T Na-Acetat versetzt. Das Gemisch wird dann bei 95° gerührt, bis die Dünnschichtchromatographie kein Ausgangsmaterial mehr zeigt. Man versetzt dann mit 30%iger Natronlauge, so dass der pH auf 8–9 steigt und filtriert den ausgefallenen Farbstoff der Formel

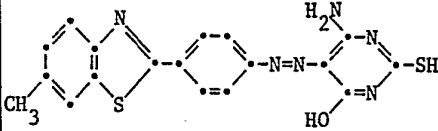
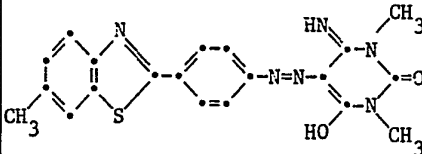
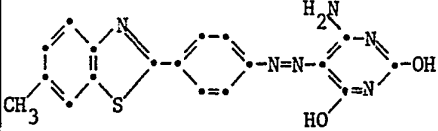
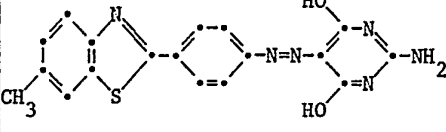
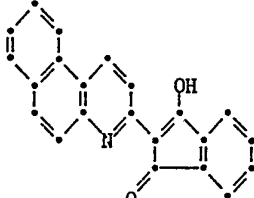
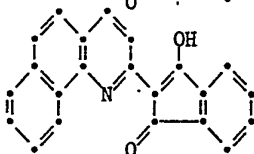
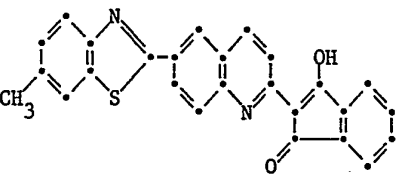
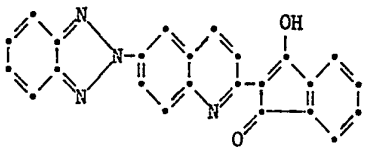
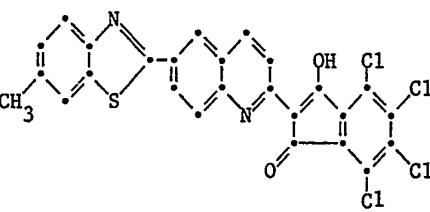


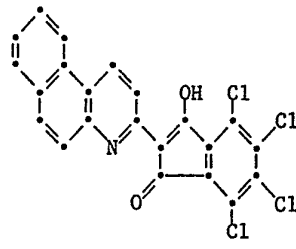
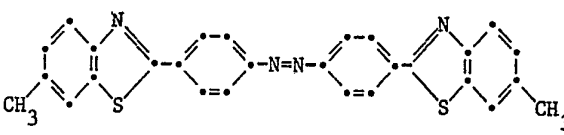
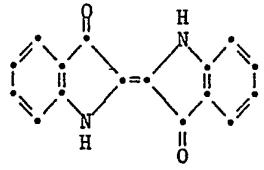
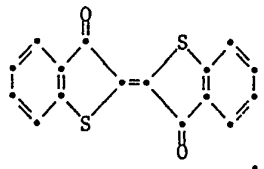
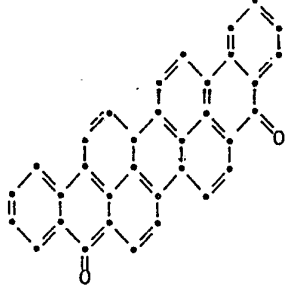
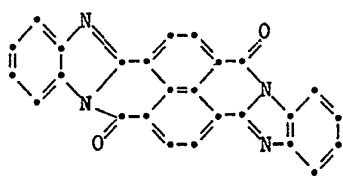
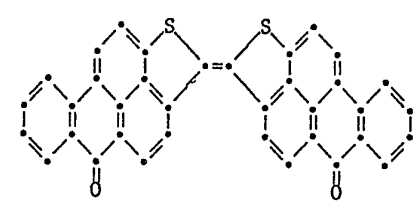
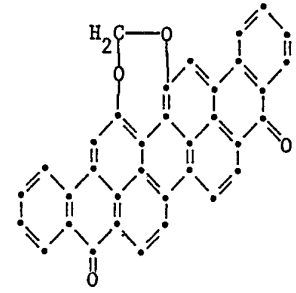
ab. Er ist in schwach saurem, wässrigem Medium gut löslich und färbt Papier in gelben Nuancen von sehr guten Echtheiten und zeigt einen ausgezeichneten Aufbau.

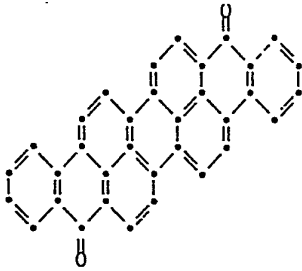
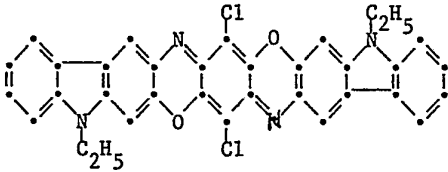
Beispiele 2–31

Verfährt man wie in Beispiel 1 angegeben, verwendet jedoch anstelle der 19 T Monoazoverbindung (Dehydrothio-4-toluidin → Barbitursäure) die äquivalenten Mengen der in der folgenden Tabelle, Kolonne 2, angegebenen Chromophore, so erhält man Farbstoffe, deren Nuancen auf Papier in der Kolonne 3 angegeben sind.

Bsp.	Chromophore	Nuance
2		orange
3		gelb
4		gelb
5		gelb
6		gelb
7		gelb
8		orange
9		gelb
10		gelb
11		gelb
12		gelb

Bsp.	Chromophore	Nuancen
13		gelb
14		gelb
15		gelb
16		gelb
17		grünstichig gelb
18		grünstichig gelb
19		gelb
20		gelb
21		gelb

Bsp.	Chromophore	Nuancen
22		gelb
23		gelb
24		blau
25		rot
26		dunkelblau
27		orange
28		blau
29		blau

Bsp.	Chromophore	Nuancen
30		violett
31		blau

Beispiel 32

Man vermischt 50 Teile chemisch gebleichte Buche-Sulfit mit 50 Teilen gebleichtem RKN 15 (Mahlgrad 22° SR) und 2 Teile des Farbstoffs gemäss Beispiel 1 in Wasser (pH 6, Wasserhärte 10°, dH, Temperatur 20°, Flottenverhältnis 1:40). Nach 15minütigem Rühren werden Papierblätter auf einem Frank-Blattbildner hergestellt.

Das Papier ist in einer sehr intensiven Gelbnuance gefärbt. Das Abwasser ist völlig farblos. Der Ausziehgrad erreicht praktisch 100%. Die Nassechtheiten und Lichtechtheiten sind ausgezeichnet.

Beispiel 33

Es wird eine Papierbahn aus gebleichtem Buche-Sulfit (22° SR) auf einer kontinuierlich arbeitenden Labor-Papiermaschine hergestellt. Zehn Sekunden vor dem Stoffauflauf wird eine wässrige Lösung des Farbstoffs gemäss Beispiel 1 unter starker Turbulenz dem Dünnstoff kontinuierlich zudosiert (0,5%ige Färbung, Flottenverhältnis 1:400, Wasserhärte 10° dH, pH 6, Temperatur 20°).

Es entsteht auf der Papierbahn eine farbstarke Gelbnuance von mittlerer Intensität. Das Abwasser ist völlig farblos.