



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102206428 B

(45) 授权公告日 2014. 05. 28

(21) 申请号 201010156201. 2

(22) 申请日 2010. 03. 30

(73) 专利权人 明德国际仓储贸易(上海)有限公司

地址 200131 上海市外高桥保税区美盛路
168号北楼5层A座

(72) 发明人 陈文政 高祯隆 陈建宇 黄惠卿

(74) 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任
公司 11021

代理人 周长兴

(51) Int. Cl.

C07D 251/22(2006. 01)

C09B 62/513(2006. 01)

D06P 3/60(2006. 01)

D06P 1/384(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1923906 A, 2007. 03. 07, 说明书第1页第
1行至第20页第6行.

US 4638054, 1987. 01. 20, 说明书第1栏第1

行至第27栏第49行.

CN 1884388 A, 2006. 12. 27, 说明书第1页第
1行至第12页第4行.

US 2008/0127433 A, 2008. 06. 05, 说明书第
[0001]-[0073]段.

审查员 于冶萍

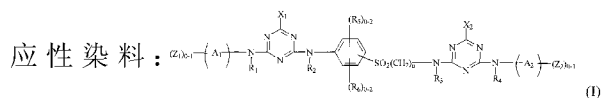
权利要求书2页 说明书20页

(54) 发明名称

具有N- 烷基基的反应性染料

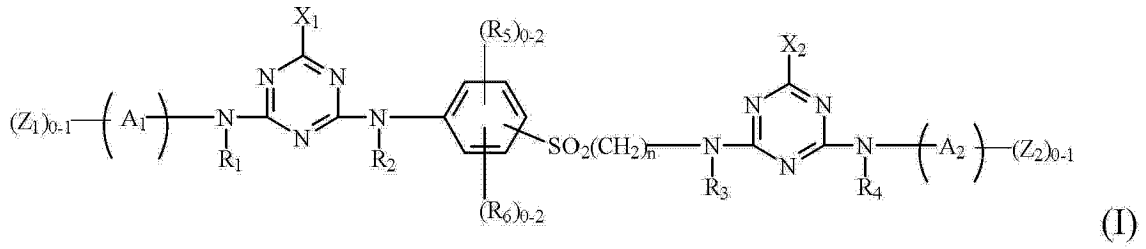
(57) 摘要

一种如下式(I)的具有N- 烷基基的新型反



其中, A₁、A₂、R₁、R₂、R₃、R₄、(R₅)₀₋₂、(R₆)₀₋₂、(Z₁)₀₋₁、
(Z₂)₀₋₁、X₁、X₂及n定义如说明书所述。本发明的
反应性染料可应用于含氢氧基及聚胺(amino
group)纤维的浸染、冷染、连染、印花及数字喷印
染色。

1. 一种如下式 (I) 的具有 N- 烷基的反应性染料：



其中，

X_1 和 X_2 各自独立为卤素；

R_1 、 R_2 和 R_4 各自独立为氢， R_3 为 C_{1-4} 烷基或羟基取代的 C_{1-4} 烷基；

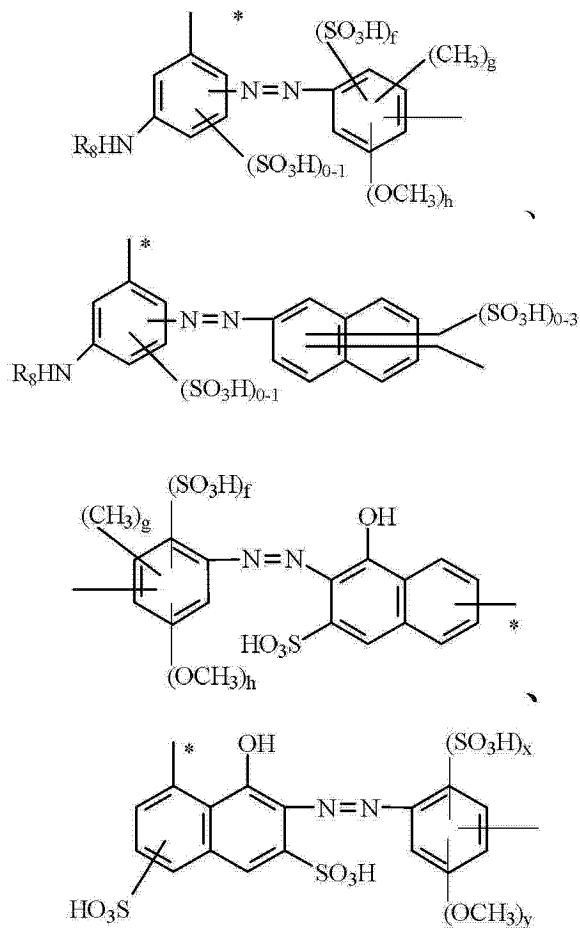
$(R_5)_{0-2}$ 和 $(R_6)_{0-2}$ 为 0 至 2 个相同或不不同的取代基，且各自独立选自由氢、 C_{1-4} 烷基所组成的群组；

$(Z_1)_{0-1}$ 和 $(Z_2)_{0-1}$ 为 0 至 1 个反应基，各自独立选自 $-SO_2-U$ ；

U 为 $-CH_2CH_2W$ ；

W 为 $-OSO_3H$

A_1 和 A_2 各自独立选自由单偶氮



所组成的群组；其中，

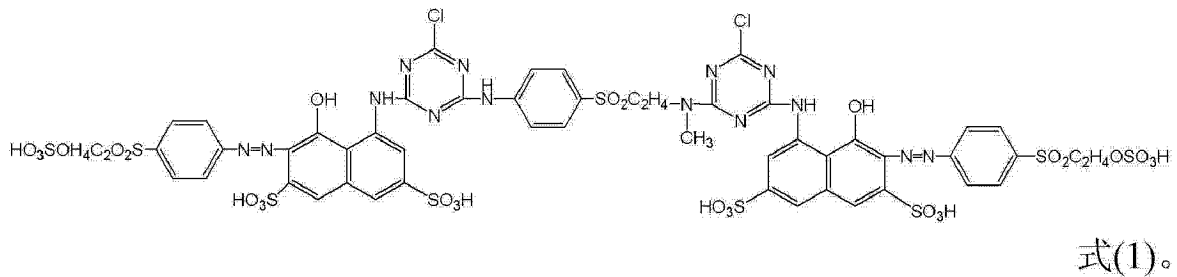
R_8 为氢；

f、g 和 h 各自独立为 0、1 或 2 的整数，且 $f+g+h$ 为 0、1、2 或 3 的整数；

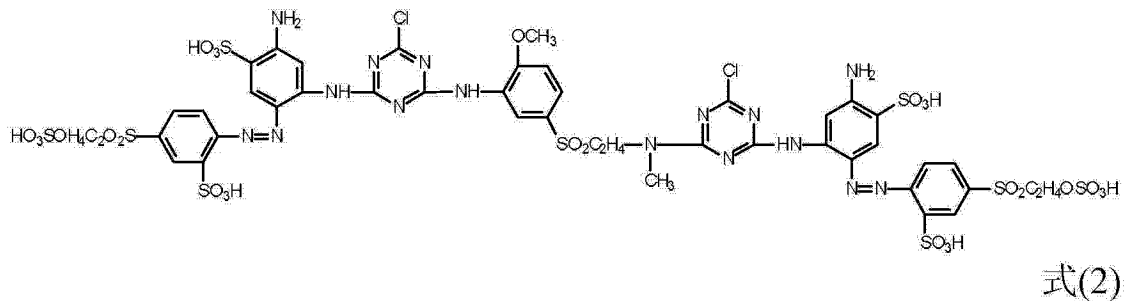
x 和 y 各自独立为 0、1 或 2 的整数,且 x+y 为 0、1、2 或 3 的整数;

* 表示连接胺基位置。

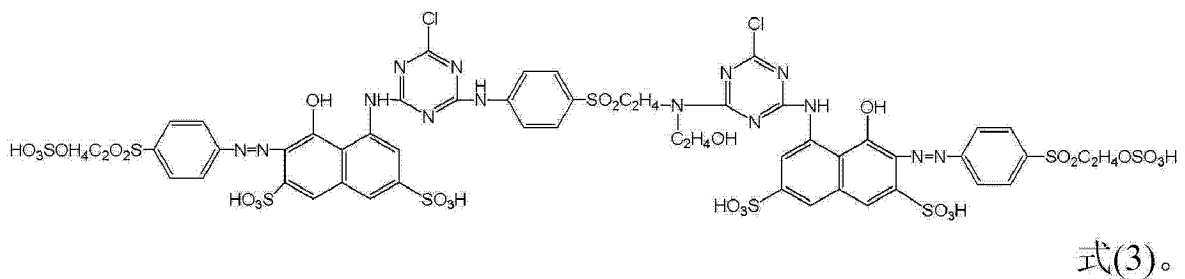
2. 如权利要求 1 所述的具有 N- 烷基胺基的反应性染料,其中,该式 (I) 是如下式 (1) 的结构:



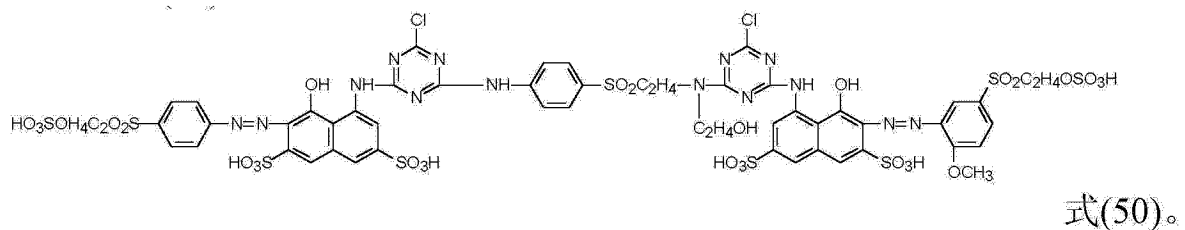
3. 如权利要求 1 所述的具有 N- 烷基胺基的反应性染料,其中,该式 (I) 是如下式 (2) 的结构:



4. 如权利要求 1 所述的具有 N- 烷基胺基的反应性染料,其中,该式 (I) 是如下式 (3) 的结构:



5. 如权利要求 1 所述的具有 N- 烷基胺基的反应性染料,其中,该式 (I) 是如下式 (50) 的结构:



具有 N- 烷胺基的反应性染料

技术领域

[0001] 本发明是有关于一种 N- 烷胺基 (N-alkylamino) 为连结基的新型反应性染料, 尤其指一种适用于含氢氧基及聚胺 (polyamine) 纤维的浸染、冷染、连染、印花及数字喷印染色的新型反应性染料。

背景技术

[0002] 偶氮系染料是由重氮成分和偶合成分构成色素母体, 因其色域宽广且分子吸光系数高而被广泛使用, 作为橘、红、藏青、黑色等深色染色所使用的反应性染料的色素母体。

[0003] 就现今反应性染料的发展, 朝向具有中温型、高固着、高染深的经济型染料方向, 因 SES (硫酸乙磺酰基系 sulphato-ethyl-sulphone) 反应基不耐碱无法满足客户棉织物的染整需求, 因此一般都以高温 MCT (一氯均三嗪) 型进行染色, 较浪费能源, 且直接性高水洗较差。

[0004] 其中美国专利 U. S. Pat. No. 5, 552, 532、美国专利 U. S. Pat. No. 5, 931, 975、美国专利 U. S. Pat. No. 5, 717, 078、美国专利 U. S. Pat. No. 5, 837, 827 及美国专利 U. S. Pat. No. 5, 831, 038 等都做过这方面的努力。

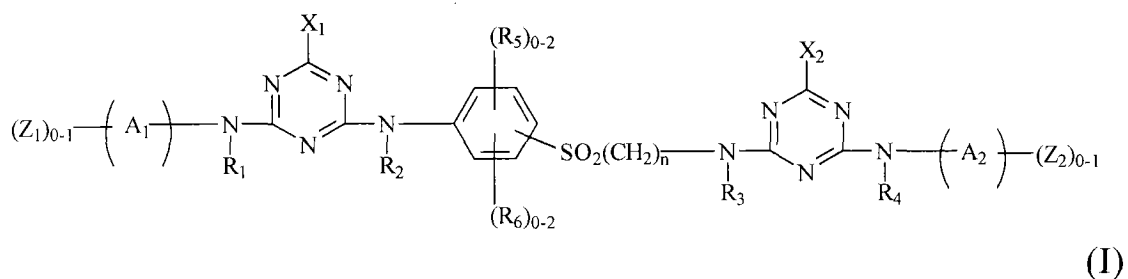
[0005] 然而, 上述研究所开发的新化合物其染深性、色相偏移、均染性和水洗牢度仍无法满足市场的要求, 因此亟需改善。

发明内容

[0006] 本发明的目的在于提供一种具有 N- 烷胺基为连结基的新颖反应性染料结构, 此反应性染料染纤维素纤维可以表现出良好固着率、优良的染深性, 以及具有优良的水洗牢度和湿牢度特性。

[0007] 为实现上述目的, 本发明提供的具有 N- 烷胺基为连结基的新型反应性染料的结构通式如下式 (I) 所示:

[0008]



[0009] 其中,

[0010] A_1 和 A_2 各自独立选自由苯基 (benzene)、单偶氮 (monoazo)、双偶氮 (disazo)、多偶氮 (polyazo) 及金属络合偶氮 (metal complex azo) 结构所组成的群组;

[0011] X_1 和 X_2 各自独立为卤素、羟基 (hydroxy)、四级铵盐或 $-NR_1R_2$;

[0012] R_1 、 R_2 、 R_3 和 R_4 各自独立为氢、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 烷羰基 (alkylcarbonyl)、苯基、亚硝

基 (nitroso)、或经卤素 (halogen)、羟基、羧基 (carboxyl)、或磺酸基 (sulfo) 取代的 C_{1-4} 烷基；

[0013] $(R_5)_{0-2}$ 和 $(R_6)_{0-2}$ 为 0 至 2 个相同或不不同的取代基, 且各自独立选自由氢、卤素、羟基、羧基、磺酸基、硝基 (nitro)、氰基 (cyano)、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 烷氧基 (alkoxy)、脲基 (ureido) 及胺基 (amido) 所组成的群组；

[0014] $(Z_1)_{0-1}$ 和 $(Z_2)_{0-1}$ 为 0 至 1 个反应基, 各自独立选自由 $-SO_2-U$ 、 $-CONH-(CH_2)_k-SO_2-U$ 、 $-O-(CH_2)_s-CONH-(CH_2)_t-SO_2-U$ 、 β -thiosulfatoethylsulfonyl 及 $-N(R')-U'$ 所组成的群组；

[0015] U 为 $-CH_2CH_2W$ 、 $-CH=CH_2$ 、或 $-CH_2CH_2OH$ ；

[0016] W 为用碱处理会离去的基团, 为 $-Cl$ 、 $-OSO_3H$ 、 $-OPO_3H$ 、四级铵盐 (quaternary ammonium)、吡啶 (pyridine)、羧基吡啶基 (carboxypyridinium)、甲基吡啶基 (methylpyridinium)、或碳胺基吡啶基 (carbonamidopyridinium)；

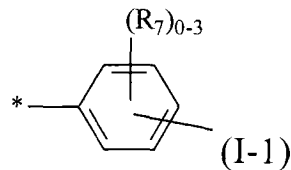
[0017] U' 为 α 、 β -卤丙酰基 (α 、 β -halopropionyl)、 α -卤丙酰基 (α -haloacryloyl)、 β -卤丙酰基 (β -halopropionyl)、或 α -卤丙烯酰基 (α -haloacryloyl)；

[0018] R' 为氢或 C_{1-4} 烷基；且

[0019] k 、 n 、 s 和 t 各自独立为 2、3 或 4 的整数。

[0020] 于本发明的式 (I) 反应性染料中, 其中 A_1 和 A_2 可各自独立为苯基结构, 较佳为如下式的结构者 (* 表示连接胺基位置)；

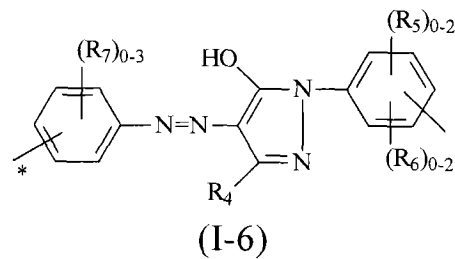
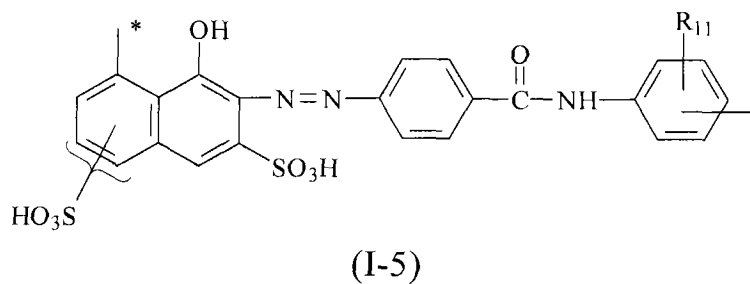
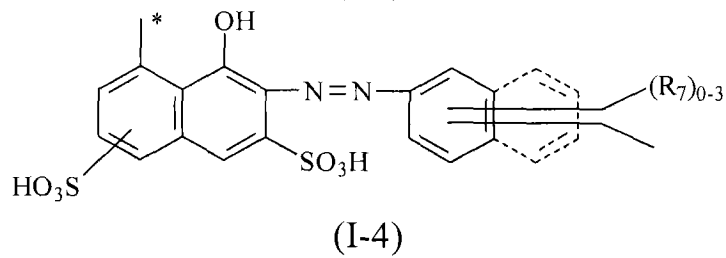
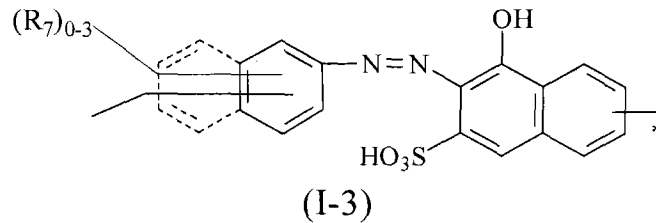
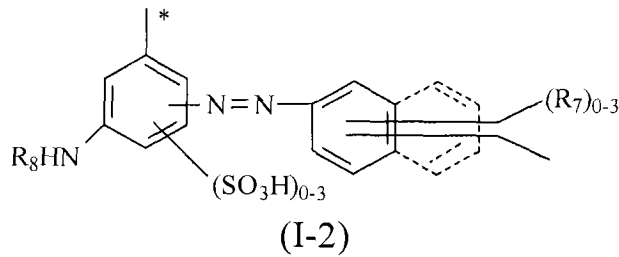
[0021]



[0022] 其中, $(R_7)_{0-3}$ 为 0 至 3 个相同或不不同的取代基, 且各自独立选自由卤素、羟基、羧基、磺酸基、胺基、硝基、氰基、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 烷氧基、 C_{2-6} 烷氧羰基、胺甲酰基 (carbamoyl)、 C_{2-5} 烷酰胺基 (alkanoylamino) 及 C_{2-5} 烷羧酸基所组成的群组。

[0023] 于本发明的式 (I) 反应性染料中, 其中 A_1 和 A_2 可各自独立为单偶氮结构, 较佳为如下式结构 (* 表示连接胺基位置)；

[0024]



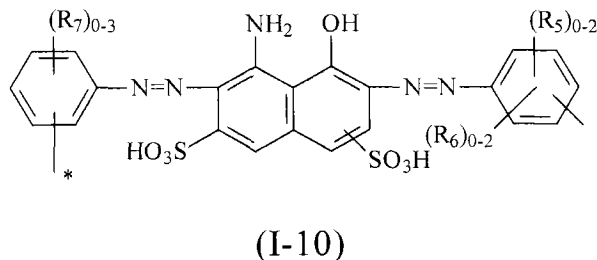
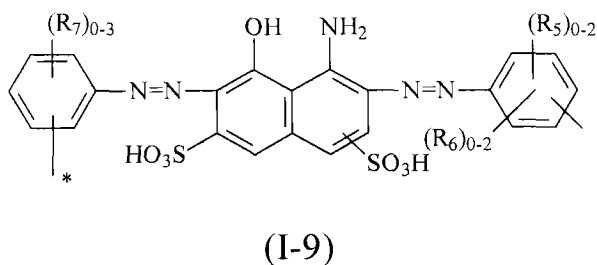
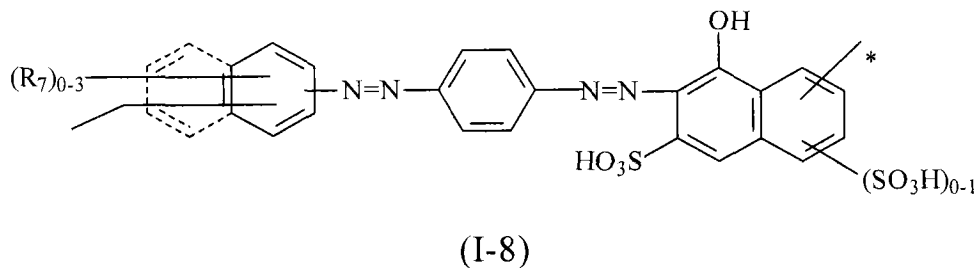
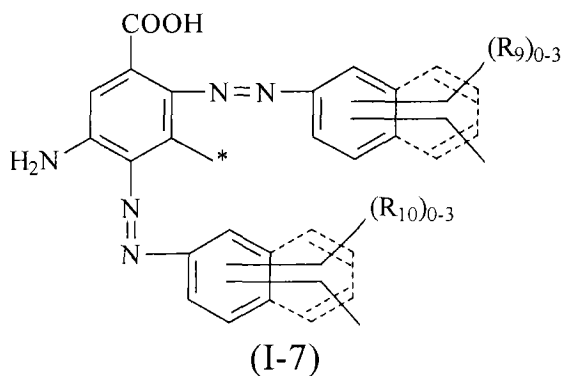
[0025] 其中, R_4 、 $(R_5)_{0-2}$ 、 $(R_6)_{0-2}$ 和 $(R_7)_{0-3}$ 如上述所定义;

[0026] R_8 为氢、 C_{1-4} 烷基、 C_{2-4} 烷羧酸基、或经羟基、氰基、乙酰基 (acetyl)、酰胺基、羧基、磺酸基、甲氧甲酰苯基 (methoxycarbonyl)、乙氧甲酰苯基 (ethoxycarbonyl)、或乙酰氧 (acetoxy) 取代的 C_{1-4} 烷基;

[0027] R_{11} 是选自由氢、卤素、羟基、羧基、磺酸基、胺基、硝基、氰基、乙酰基胺基 (acetylamino)、脲基、 C_{1-4} 烷基及 C_{1-4} 烷氧基所组成的群组。

[0028] 于本发明的式 (I) 反应性染料中, 其中 A_1 和 A_2 可各自独立为双偶氮结构, 较佳为如下式结构 (* 表示连接胺基位置):

[0029]



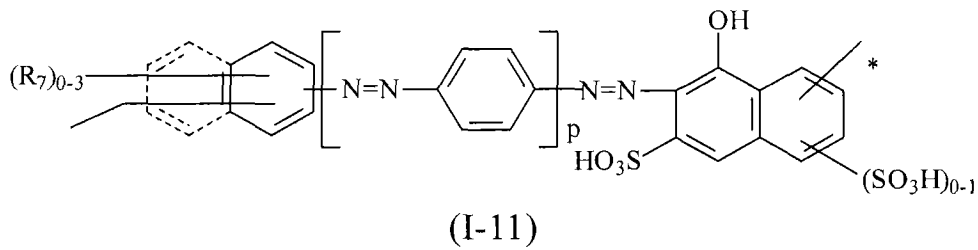
[0030] 其中, $(R_5)_{0-2}$ 、 $(R_6)_{0-2}$ 和 $(R_7)_{0-3}$ 如上述所定义;

[0031] $(R_9)_{0-3}$ 为 0 至 3 个相同或不不同的取代基, 且各自独立选自由卤素、羟基、羧基、磺酸基、胺基、硝基、氰基、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 烷氧基、 C_{2-6} 烷氧羰基、胺甲酰基、 C_{2-5} 烷酰胺基及 C_{2-5} 烷羧酸基所组成的群组;

[0032] $(R_{10})_{0-3}$ 为 0 至 3 个相同或不不同的取代基, 且各自独立选自由卤素、羟基、羧基、磺酸基、胺基、硝基、氰基、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 烷氧基、 C_{2-6} 烷氧羰基、胺甲酰基、 C_{2-5} 烷酰胺基及 C_{2-5} 烷羧酸基所组成的群组。

[0033] 于本发明的式 (I) 反应性染料中, 其中 A_1 和 A_2 可各自独立为多偶氮结构, 较佳为如下式结构 (* 表示连接胺基位置):

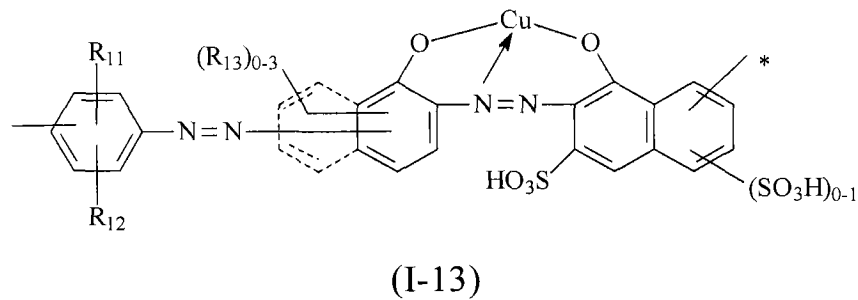
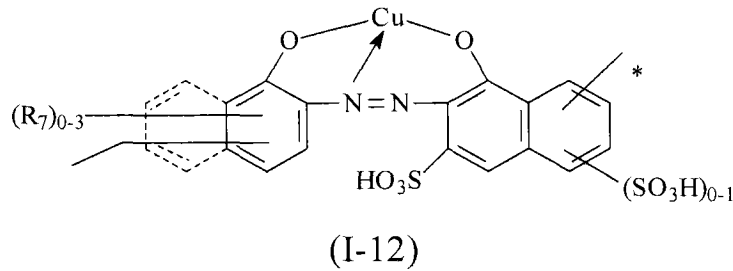
[0034]



[0035] 其中, $(R_7)_{0-3}$ 如上述所定义; p 为 2 或 3。

[0036] 于本发明的式 (I) 反应性染料中, 其中 A_1 和 A_2 可各自独立为金属络合偶氮结构, 较佳为如下式结构 (* 表示连接胺基位置):

[0037]



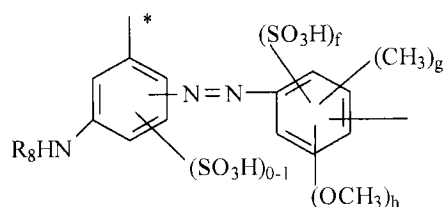
[0038] 其中, $(R_7)_{0-3}$ 、及 R_{11} 如上述所定义;

[0039] R_{12} 是选自由氢、卤素、羟基、羧基、磺酸基、胺基、硝基、氰基、乙酰基胺基、脲基、 C_{1-4} 烷基及 C_{1-4} 烷氧基所组成的群组;

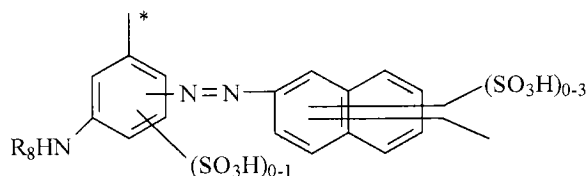
[0040] $(R_{13})_{0-3}$ 为 0 至 3 个相同或不不同的取代基, 且各自独立选自由卤素、羟基、羧基、磺酸基、硝基、氰基、 C_{1-4} 烷基及 C_{1-4} 烷氧基、 C_{2-6} 烷氧羰基、胺甲酰基、 C_{2-5} 烷酰胺基及 C_{2-5} 烷羧酸基所组成的群组。

[0041] 于本发明的式 (I) 反应性染料中, 其中 A_1 和 A_2 可各自独立为单偶氮结构, 更佳为如下式结构 (* 表示连接胺基位置):

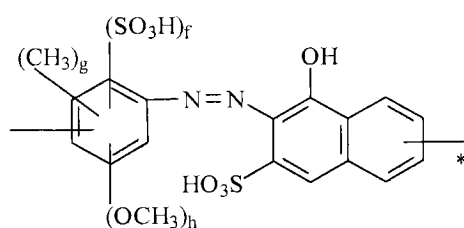
[0042]



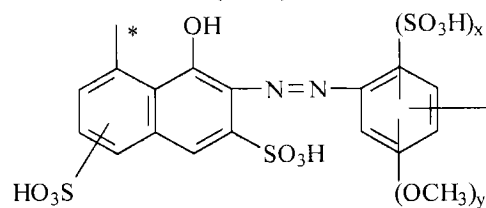
(II-1)



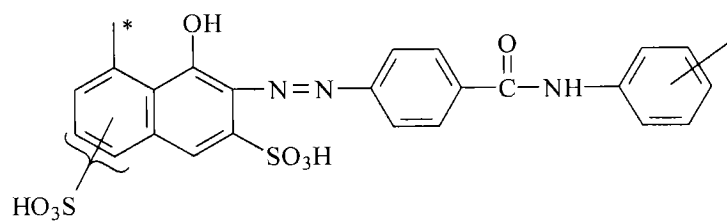
(II-2)



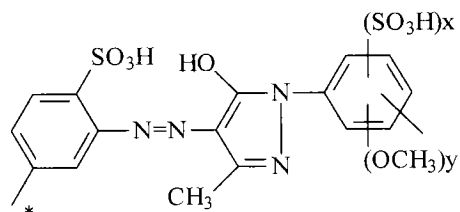
(II-3)



(II-4)



(II-5)



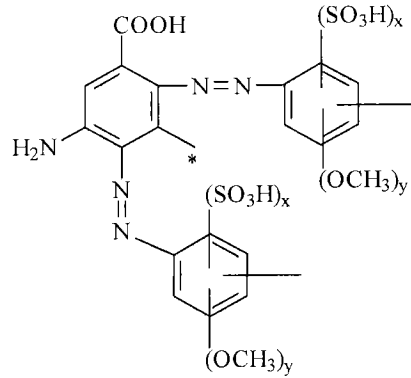
(II-6)

[0043] 其中, R_8 如上述所定义, f 、 g 和 h 各自独立为 0、1 或 2 的整数, 且 $f+g+h$ 为 0、1、2 或 3 的整数;

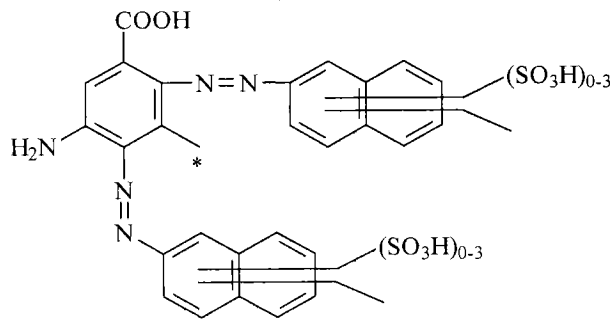
[0044] x 和 y 各自独立为 0、1 或 2 的整数, 且 $x+y$ 为 0、1、2 或 3 的整数。

[0045] 于本发明的式 (I) 反应性染料中, 其中 A_1 和 A_2 可各自独立为双偶氮结构, 更佳为如下式结构 (* 表示连接胺基位置):

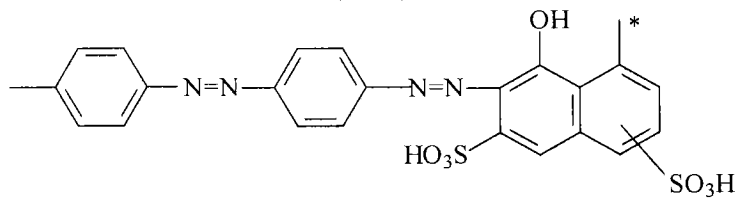
[0046]



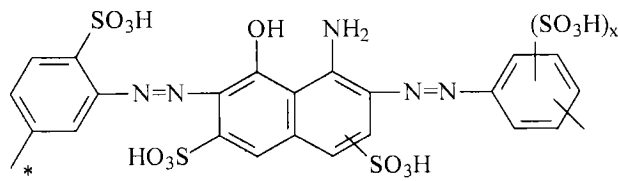
(II-7)



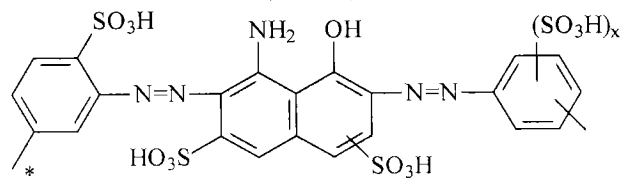
(II-8)



(II-9)

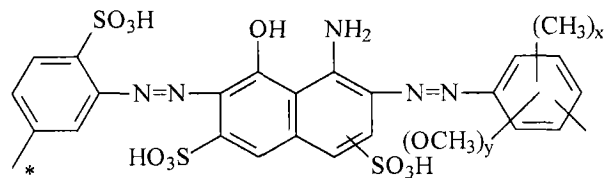


(II-10)

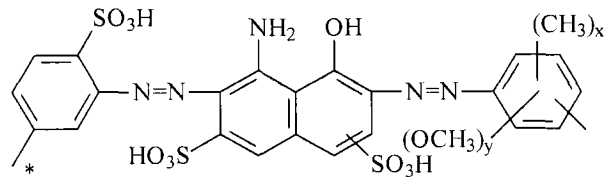


(II-11)

[0047]



(II-12)

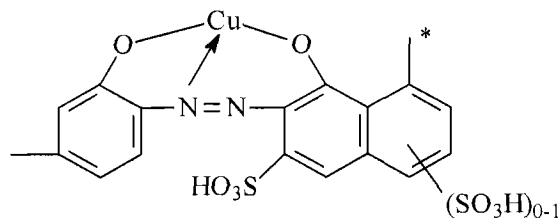


(II-13)

[0048] 其中, x 和 y 如上述所定义。

[0049] 于本发明的式 (I) 反应性染料中, 其中 A_1 和 A_2 可各自独立为金属络合偶氮结构, 更佳为如下式结构 (* 表示连接胺基位置):

[0050]



(II-14)

[0051] 本发明为了说明方便, 在说明书中化合物皆以自由酸的形式表示, 但本发明中的染料在被制造或使用, 常会以水溶性盐的形式存在, 合适的盐可以是碱金属、碱土金属、铵盐或有机胺盐, 其中较佳地为钠盐、钾盐、锂盐、铵盐或三乙醇胺 (triethanolamine) 盐。

[0052] 本发明的染料可以公知的方法制备, 其制备的反应顺序并没有很严格的限制, 可以是先将发色团制备好, 然后再合成所需要的染料; 也可以在染料的制备过程中, 才合成发色团。

[0053] 本发明的染料适用于纤维材料, 尤其指纤维素纤维材料, 以及含纤维素纤维的纤维材料的染色或印花。此纤维材料并无特殊限制, 可以是天然或再生的纤维素纤维, 例如棉、麻、亚麻、大麻、苧麻、黏液螺素, 或是含纤维素系纤维的纤维材料。本发明的染料同样也适用于含羟基纤维的纤维掺混织物的染色和印花。

[0054] 本发明的染料可以用各种方式固色于纤维上, 特别是以水性染料溶液和印染糊形式。并以浸染、连染、冷压染、印染和数字喷印等方式进行染色与印花。

[0055] 本发明的染色或印染可照一般公知、惯用的方法进行, 浸染法 (exhaustion dyeing) 是采用熟知的无机中性盐 (如无水硫酸钠及氯化钠) 及熟知的酸结合剂 (如碳酸钠、氢氧化钠) 单独或混合使用。无机中性盐和碱的用量并不是很重要, 无机中性盐和碱可以依传统方法一次或分次加入染浴中。此外, 也可以依传统方法加入助染剂 (如均染剂、缓染剂等), 染色温度通常是介于 40°C - 90°C , 较佳的是 50°C - 70°C 。

[0056] 冷压染法是使欲染色的物质, 利用熟知的无机中性盐 (如无水硫酸钠及氯化钠) 及熟知的酸结合剂 (如碳酸钠、氢氧化钠) 轧染, 然后在室温下, 使所得的物质成卷置形式

进行染色。

[0057] 连续染色法是使熟知的酸结合剂（如碳酸钠或碳酸氢钠）和轧染液混合，依常法使欲染色的物质进行轧染，然后使所得物质干热或汽蒸固色；两浴轧染法是以染料使欲染色的物质进行轧染，然后以熟知的无机中性盐（如硫酸钠或硅酸钠）处理，最好依常法将处理过的物质干燥或汽蒸固色。

[0058] 织物印花法，例如有单相印花法，是以含有熟知酸结合剂（如碳酸氢钠）的印花浆，印在欲印花的物质上，并用干燥或汽蒸固色；两相印花法包含以印花浆欲印花的物质，将所得物质浸入在高温（90℃或以上）的含无机中性盐（如氯化钠）及熟知的酸结合剂（如氢氧化钠或碳酸钠）的溶液中固色。依本发明的方法并不局限前列的染色或印花法。

具体实施方式

[0059] 为方便进一步说明起见，将列举以下实施例做更具体的说明。以下实例在说明本发明，本发明的权利要求范围并不会因此而受限制。其中化合物是以游离酸的形式表示，但其实际的形式有可能是金属盐，更可能是碱金属盐，尤其是钠盐，除非有特别说明，否则实施例中所使用的份数或百分比皆以重量为单位，温度以摄氏温度℃为单位。

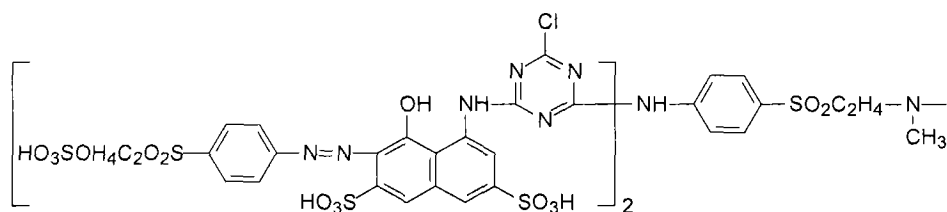
[0060] 实施例 1

[0061] (a) 取 18.8 份三聚氯氰 (cyanuric chloride) 分散于 200 份的 0℃ 水中，然后滴加入含 31.9 份的 4-氨基-5-萘酚-2,7-二磺酸 (4-amino-5-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid) 的溶液，以 15% 碳酸钠水溶液将反应液 pH 值调整为 1~3，温度控制在 5℃ 以下，持温反应 2 小时后过滤取滤液备用。

[0062] (b) 于 0℃、300 份的水加入 28.1 份对-(β-硫酸乙酯磺基)苯胺 4-(β-sulfatoethylsulfone)aniline 和 25.6 份 32% 盐酸水溶液充分搅拌而形成分散溶液后，加入 7.2 份的亚硝酸钠，并且控制在 0~5℃ 温度下，直到重氮化反应完全，加入上述 (a) 所得的滤液，用碳酸钠缓慢调整反应 pH 值达到 6~8，反应 3 小时后得到红色产物备用。

[0063] (c) 取 10.7 份 4-(2-(甲胺基)乙基磺基)苯胺 (4-(2-(methylamino)ethylsulfonyl)aniline) 的化合物，加入上述 (b) 所得的水溶液中，在 20~35℃ 以碳酸钠粉末将反应液 pH 值调整为 7~9 之间，反应完全后，得到如下结构式 (1) 的红色产物。

[0064]



(1)

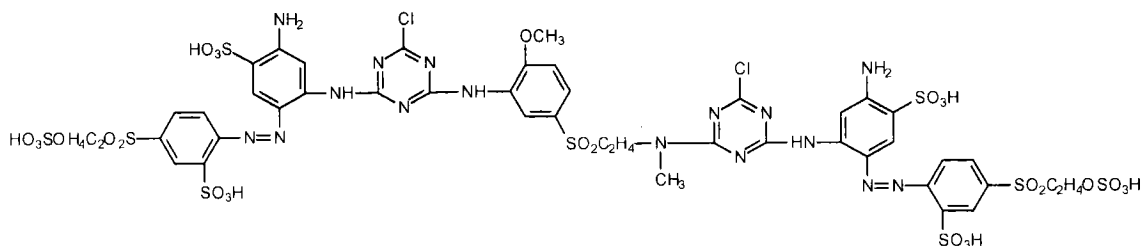
[0065] 实施例 2

[0066] (a) 取 18.8 份三聚氯氰分散于 200 份的 0℃ 水中，然后滴加入含 18.8 份 2,4-diaminobenzene-1-sulfonic acid 粉末，以 15% 碳酸钠水溶液将反应液 pH 值调整为 1~3，温度控制在 5℃ 以下，持温反应 2 小时备用。

[0067] (b) 取 150 份、0℃的水加入 36.1 份 1-胺苯基-4-(β-硫酸乙酯磺基)-2-磺酸 (1-aminobenzene-4-(β-sulfatoethyl sulfone)-2-sulfonic acid) 和 30 份 32% 盐酸水溶液充分搅拌分散,之后加入 7.2 份的亚硝酸钠,搅拌直到重氮化反应完全,加入上述 (a) 所得的溶液,用碳酸钠缓慢调整反应 pH 值达到 6~7,反应 3 小时后得到橘色产物备用。

[0068] (c) 取 12.2 份 2-甲氧基-5-(2-(甲氨基)乙基磺基)苯胺 (2-methoxy-5-(2-(methylamino)ethylsulfonyl)aniline) 的化合物,加入上述 (b) 所得的水溶液中,在 20~35℃以碳酸钠粉末将反应液 pH 值调整为 7~9 之间,反应完全后,得到如下结构式 (2) 的橘色产物。

[0069]



(2)

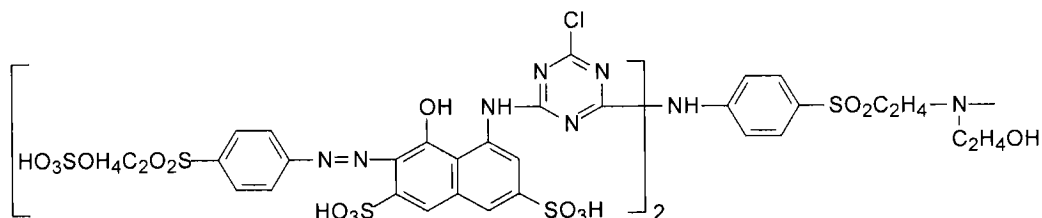
[0070] 实施例 3

[0071] (a) 取 18.8 份三聚氯氰分散于 200 份的 0℃水中,然后滴加入含 31.9 份的 4-氨基-5-萘酚-2,7-二磺酸的溶液,以 15% 碳酸钠水溶液将反应液 pH 值调整为 1~3,温度控制在 5℃以下,持温反应 2 小时后过滤取滤液备用。

[0072] (b) 于 0℃、300 份的水加入 28.1 份对-(β-硫酸乙酯磺基)苯胺和 25.6 份 32% 盐酸水溶液充分搅拌而形成分散溶液后,加入 7.2 份的亚硝酸钠,并且控制在 0~5℃温度下,直到重氮化反应完全,加入上述 (a) 所得的滤液,用碳酸钠缓慢调整反应 pH 值达到 6~8,反应 3 小时后得到红色产物备用。

[0073] (c) 取 12.2 份 2-(2-(4-胺苯基磺基)乙基氨基)乙醇 (2-(2-(4-aminophenylsulfonyl)ethylamino)ethanol) 的化合物,加入上述 (b) 所得的水溶液中,在 20~35℃以碳酸钠粉末将反应液 pH 值调整为 7~9 之间,反应完全后,得到如下结构式 (3) 的红色产物。

[0074]

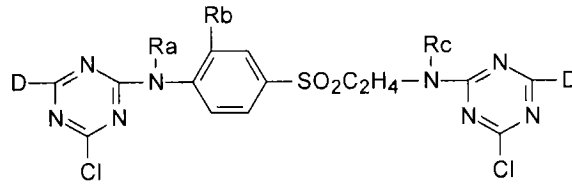


(3)

[0075] 实施例 4~27

[0076] 参照实施例 1~3 的合成方式,可获得如下所列式 (4)~式 (27) 的化合物结构式:

[0077]



[0078]

例 (式)	D	Ra	Rb	Rc
4		H	H	CH ₃
5		H	H	CH ₃
6		H	H	CH ₃
7		H	H	CH ₃
8		H	H	CH ₃
9		H	H	CH ₃
10		H	H	CH ₃
11		H	H	CH ₃
12		H	H	CH ₃

[0079]

13		H	H	C ₂ H ₄ OH
14		H	H	C ₂ H ₄ OH
15		H	H	C ₂ H ₄ OH
16		H	H	C ₂ H ₄ OH
17		H	H	C ₂ H ₄ OH
18		H	H	C ₂ H ₄ OH
19		H	H	C ₂ H ₄ OH
20		H	H	C ₂ H ₄ OH
21		H	H	C ₂ H ₄ OH
22		H	H	C ₂ H ₅

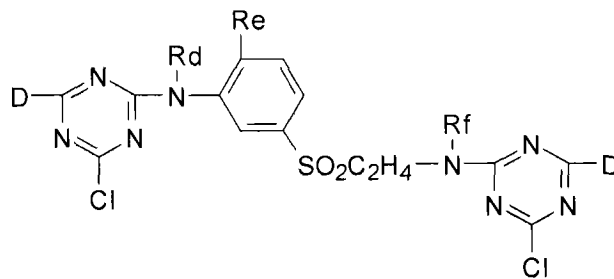
[0080]

23		H	H	C ₂ H ₅
24		H	H	C ₂ H ₅
25		H	H	
26		H	H	
27		H	H	

[0081] 实施例 28 ~ 49

[0082] 参照实施例 1 ~ 3 的合成方式,可获得如下所列的式 (28) ~ 式 (49) 的化合物结构式:

[0083]



[0084]

例 (式)	Rd	Re	Rf
		H	OCH ₃
	D		
28			

[0085]

29			
30			
31			
例 (式)	Rd	Re	Rf
	C ₂ H ₅	H	CH ₃
	D		
32			
33			
34			
35			
例 (式)	Rd	Re	Rf
	H	OCH ₃	C ₂ H ₄ OH

[0086]

	D		
36			
37			
38			
39			
例 (式)	Rd	Re	Rf
	C ₂ H ₅	H	C ₂ H ₄ OH
	D		
40			
41			

[0087]

42			
43			
例 (式)	Rd	Re	Rf
	OCH ₃	H	C ₂ H ₅
D			
44			
45			
例 (式)	Rd	Re	Rf
	C ₂ H ₅	H	C ₂ H ₅
D			
46			
47			
例 (式)	Rd	Re	Rf
	H	H	C ₂ H ₅
D			

[0088]

48			
例 (式)	Rd	Re	Rf
	OCH ₃	H	
	D		
49			

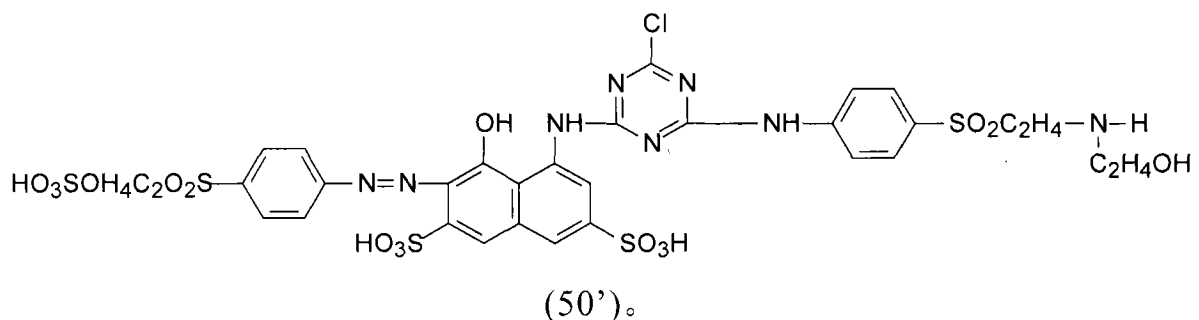
[0089] 实施例 50

[0090] (a) 取 9.4 份三聚氯氰分散于 100 份的 0℃ 水中, 然后滴加入含 16 份的 4-氨基-5-萘酚-2,7-二磺酸的溶液, 以 15% 碳酸钠水溶液将反应液 pH 值调整为 1~3, 温度控制在 5℃ 以下, 持温反应 2 小时后过滤取滤液备用。

[0091] (b) 于 0℃、150 份的水加入 14 份对-(β-硫酸乙酯磺基)苯胺和 12.8 份 32% 盐酸水溶液充分搅拌而形成分散溶液后, 加入 3.6 份的亚硝酸钠, 并且控制在 0~5℃ 温度下, 直到重氮化反应完全, 加入上述 (a) 所得的滤液, 用碳酸钠缓慢调整反应 pH 值达到 6~8, 反应 3 小时后得到红色产物备用。

[0092] 取 12.2 份 2-(2-(4-胺苯基磺基)乙基胺基)乙醇的化合物, 加入上述 (b) 所得的水溶液中, 在 20~35℃ 以碳酸钠粉末将反应液 pH 值调整为 5~7 之间, 反应完全后, 得到如下结构式 (50') 的红色产物:

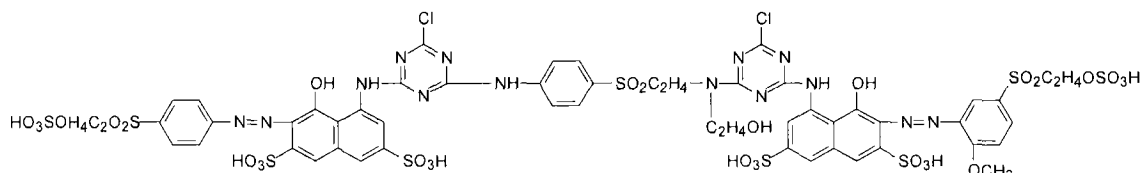
[0093]



[0094] (a) 取 9.4 份三聚氯氰分散于 100 份的 0℃ 水中, 然后滴加入含 16 份的 4-氨基-5-萘酚-2,7-二磺酸的溶液, 以 15% 碳酸钠水溶液将反应液 pH 值调整为 1~3, 温度控制在 5℃ 以下, 持温反应 2 小时后过滤取滤液备用。

[0095] (b) 于 0℃、150 份的水加入 15.6 份 2-氨基苯甲醚 4-乙烯磺和 12.8 份 32% 盐酸水溶液充分搅拌而形成分散溶液后, 加入 3.6 份的亚硝酸钠, 并且控制在 0~5℃ 温度下, 直到重氮化反应完全, 加入上述 (c) 所得的滤液, 用碳酸钠缓慢调整反应 pH 值达到 7.5~8.5, 反应完全后, 用 32% 盐酸水溶液调整反应 pH 值达到 5~6, 得到如下结构式 (50) 的红色产物:

[0096]

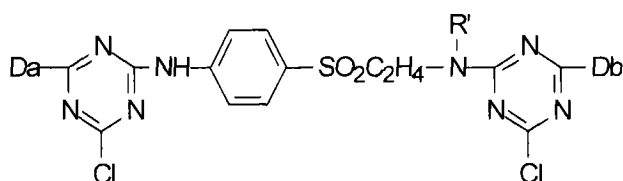


(50)。

[0097] 实施例 51 ~ 55

[0098] 参照实施例 50 的合成方式,可获得如下所列的式 (51) ~ 式 (55) 的化合物结构式。

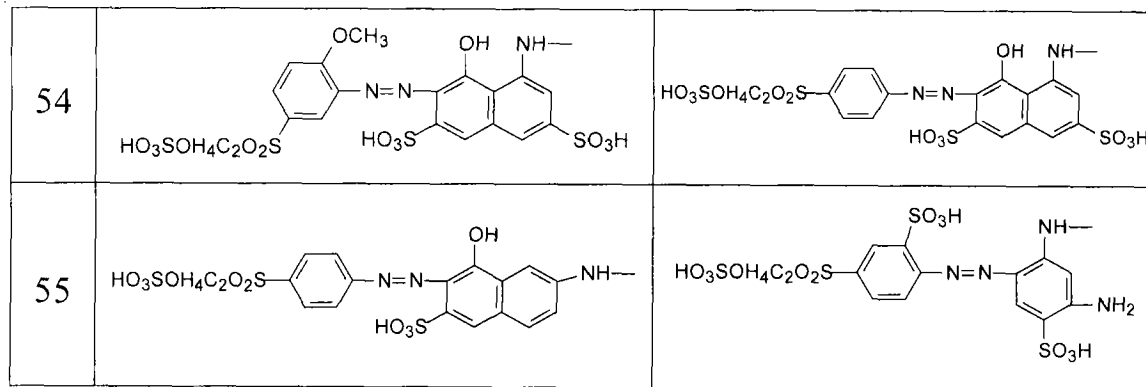
[0099]



[0100]

例 (式)	R' (CH ₃)	
	Da	Db
51		
52		
53		
例 (式)	R' (C ₂ H ₄ OH)	
	Da	Db

[0101]



[0102] 试验例 1

[0103] 取实施例 1 染料 1 份,完全溶于 100 份蒸馏水中配成染料液,将染料液 20 份注入染杯中,加入芒硝 4.8 份,再以蒸馏水将染液加到总量 75 份,再加入 320 克 / 升的纯碱水溶液 5 份。取 4 份全棉平织布放入染液中,上盖锁紧后下上摇动使染料均匀后,将此染杯放入恒温槽中,启动旋转钮,30 分钟升温至 60℃后保温 60 分钟固色。染色完成后,取出布样以冷水冲洗,再经一般清洗、脱水、烘干程序,得到红色染物具备优良的染深性及上色率。

[0104] 试验例 2

[0105] 取 3 份实施例 1 所制备的染料溶于 100 毫升水中,配制成 30 份 / 升染液;取碱剂 25 毫升 (使用苛性钠 15 毫升 / 升和芒硝 30 份 / 升) 加入于压染液中均匀搅拌,所得混合液倒入罗拉 (Roller) 压染器中,然后将棉织物经过罗拉压染后,再卷成轴状。此形态棉织物在室温下储存 4 小时。然后,将所得红色染物先经冷水洗,再经沸腾热水洗 10 分钟,然后经沸腾的非离子清洁剂皂洗 10 分钟,最后再用冷水洗清一次,干燥后可得到红色染物具备优良的染深性及上色率。

[0106] 试验例 3

[0107] 取尿素 100 份,间 - 硝基苯磺酸钠盐 10 份,小苏打 20 份,海藻酸钠 55 份,温水 815 份合计 1000 份,经搅拌配制可得助剂糊。

[0108] 取 3 份实施例 1 所制备的染料洒于上述 100 份的助剂糊中,并快速搅拌。以 100mesh 的 45 度斜纹版印花网版覆盖在一适当大小的丝光棉斜纹布上,再将上述色糊置于网版上并刮过。

[0109] 将刮好的布放到 65℃烘箱内 5 分钟烘干;将烘干好的布放入蒸箱以常压饱和蒸气 102 ~ 105℃蒸处 10 分钟。

[0110] 然后将所得红色染物先经冷水洗,再经沸腾热水洗 10 分钟,然后再以沸腾的非离子清洁剂皂洗 10 分钟,最后再用冷水洗清一次,干燥后可得到红色染物具备优良的染深性及上色率。

[0111] 综上所述,本明确能由所公开的技术思想以达到发明目的。惟以上所揭示的乃较佳实施例,举凡局部的变更或修饰而源于本发明的技术思想而为本领域技术人员所易于推知的内容,俱不脱本发明的权利要求范围。上述实施例仅是为了方便说明而举例而已,本发明所主张的权利范围自应以申请的权利要求范围所述为准,而非仅限于上述实施例。