



(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl.

C09B 43/24 (2006.01)

C09D 11/02 (2006.01)

(11) 공개번호 10-2007-0015584

(43) 공개일자 2007년02월05일

(21) 출원번호 10-2006-7024172

(22) 출원일자 2006년11월17일

심사청구일자 없음

번역문 제출일자 2006년11월17일

(86) 국제출원번호 PCT/IB2005/001465

(87) 국제공개번호 WO 2005/113683

국제출원일자 2005년05월12일

국제공개일자 2005년12월01일

(30) 우선권주장 04011856.4 2004년05월19일 유럽특허청(EPO)(EP)

(71) 출원인 클라리언트 파이낸스 (비브이아이)리미티드  
브리티시 버진 아일랜드 토르톨라 로드 타운 피오 박스 662 위크햄스 케이 시트코 빌딩

(72) 발명자 쇼에프버거 조지  
스위스 체하-4310 레인펠덴 다이아나스트라췌 14  
대트윌러 어스  
스위스 체하-4145 꺾뎀 가텐웨그 5에이

(74) 대리인 김창세

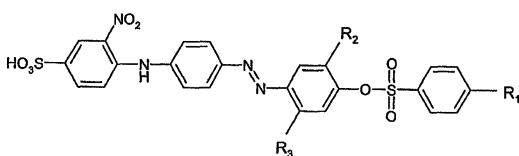
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 모노아조 염료

(57) 요약

본 발명은 하기 화학식 I의 화합물, 이들의 제조방법 및 유기 기재를 염색 및/또는 날염하기 위한 이들의 용도에 관한 것이다.

화학식 I

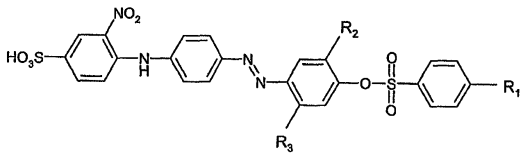


특허청구의 범위

청구항 1.

하기 화학식 I의 화합물:

화학식 I



상기 식에서,

$R_1$ 은 분지되지 않은  $C_{3-6}$ 알킬 또는 분지된  $C_{3-6}$ 알킬이고;

$R_2$ 는 H, 메틸, 분지되지 않은  $C_{2-4}$ 알킬 또는 분지된  $C_{3-4}$ 알킬이고;

$R_3$ 은 H, 메틸, 분지되지 않은  $C_{2-4}$ 알킬, 분지된  $C_{3-4}$ 알킬, 메톡시, 분지되지 않은  $-OC_{2-4}$ 알킬, 분지된  $-OC_{3-4}$ 알킬,  $-NHCO$ (분지되지 않은  $C_{1-4}$ 알킬) 또는  $-NHCO$ -(분지된  $C_{3-4}$ 알킬)이다.

## 청구항 2.

제 1 항에 있어서,

$R_1$ 이 분지되지 않은  $C_{3-6}$ 알킬 또는 분지된  $C_{3-6}$ 알킬이고;

$R_2$ 가 H 또는 메틸이고;

$R_3$ 이 H, 메틸, 메톡시, 에톡시 또는 아세틸아미노인 화합물.

## 청구항 3.

제 2 항에 있어서,

$R_1$ 이 분지되지 않은  $C_{3-4}$ 알킬 또는 분지된  $C_{3-4}$ 알킬이고;

$R_2$ 가 H이고;

$R_3$ 이 H 또는 메틸인 화합물.

## 청구항 4.

제 1 항에 있어서,

$R_1$ 이 t-부틸, 1-메틸-프로필 또는 2-메틸-프로필이고;

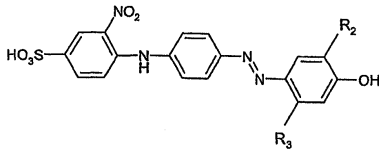
$R_2$ 가 H이고;

R<sub>3</sub>이 H 또는 메틸인 화합물.

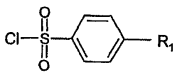
### 청구항 5.

하기 화학식 II의 화합물을 염기성 조건하에 하기 화학식 III의 치환된 설포닐 클로라이드로 에스터화시키는 것을 특징으로 하는 제 1 항에 따른 화학식 I의 화합물의 제조방법:

화학식 II



화학식 III



상기 식에서,

R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> 및 R<sub>3</sub>은 제 1 항에 제시된 의미를 갖는다.

### 청구항 6.

유기 기재를 염색 및/또는 날염하기 위한 제 1 항에 따른 화학식 I의 화합물의 용도.

### 청구항 7.

모직물, 견직물 및 합성 폴리아마이드를 염색 및/또는 날염하기 위한 제 1 항에 따른 화학식 I의 화합물의 용도.

### 청구항 8.

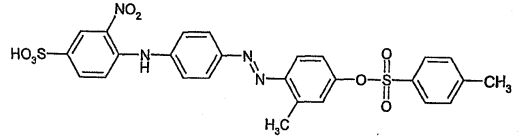
잉크젯 공정용 인쇄 잉크를 제조하기 위한 제 1 항에 따른 화학식 I의 화합물의 용도.

**명세서**

**기술분야**

본 발명은 신규한 산성 염료, 이들의 제조방법 및 유기 기재를 염색하기 위한 이들의 용도에 관한 것이다.

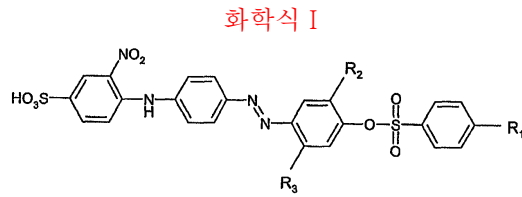
**배경기술**



색 지수 산성 오렌지색 67(제품 번호 12220-06-3; 색 지수 14172)는 널리 공지되어 있고, 모직물, 폴리아마이드, 가죽 및 종이를 염색하는데 사용된다. 색 지수 산성 오렌지색 67은 고온수에 가용성이지만 냉각시 부분적으로 재침전된다. 이는 염료 농도에 관해서 부정확성 및 화학식에 관해서 불안정을 초래하고 재현성에 영향을 끼친다. 또한 실험실용으로 고안된 방법을 염색 공장으로 순조로운 전달을 방해한다. 상기 문제는 본 발명의 염료에 의해 해결된다.

### 발명의 상세한 설명

따라서 본 발명의 화합물은 하기 화학식 I의 화합물을 제공한다:



상기 식에서,

R<sub>1</sub>은 분지되지 않은 C<sub>3-6</sub>알킬 또는 분지된 C<sub>3-6</sub>알킬이고;

R<sub>2</sub>는 H, 메틸, 분지되지 않은 C<sub>2-4</sub>알킬 또는 분지된 C<sub>3-4</sub>알킬이고;

R<sub>3</sub>은 H, 메틸, 분지되지 않은 C<sub>2-4</sub>알킬, 분지된 C<sub>3-4</sub>알킬, 메톡시, 분지되지 않은 -OC<sub>2-4</sub>알킬, 분지된 -OC<sub>3-4</sub>알킬, 분지되지 않은 C<sub>1-4</sub>알킬 기를 갖는 -NHCO(C<sub>1-4</sub>알킬) 또는 분지된 C<sub>3-4</sub>알킬 기를 갖는 -NHCO-(C<sub>3-4</sub>알킬)이다.

바람직하게는 화학식 I의 화합물에서,

R<sub>1</sub>은 분지되지 않은 C<sub>3-6</sub>알킬 또는 분지된 C<sub>3-6</sub>알킬이고;

R<sub>2</sub>는 H 또는 메틸이고;

R<sub>3</sub>은 H, 메틸, 메톡시, 에톡시 또는 아세틸아미노이다.

특히 바람직하게는 화학식 I의 화합물에서,

R<sub>1</sub>은 분지되지 않은 C<sub>3-4</sub>알킬 또는 분지된 C<sub>3-4</sub>알킬이고;

R<sub>2</sub>는 H이고;

R<sub>3</sub>은 H 또는 메틸이다.

매우 특히 바람직하게는,

R<sub>1</sub>은 t-부틸, 1-메틸-프로필 또는 2-메틸-프로필이고;

R<sub>2</sub>는 H이고;

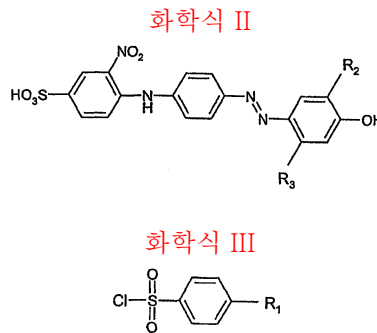
R<sub>3</sub>은 H 또는 메틸인 화학식 I의 화합물을 제공하는 것이다.

추가로 R<sub>1</sub>이 t-부틸 기인 화학식 I의 화합물을 제공하는 것이 바람직하다.

분지된 C<sub>3-6</sub>알킬 기 또는 분지되지 않은 C<sub>3-6</sub>알킬 기는 하이드록실 기 또는 시아노 기로 추가로 치환될 수 있다. 바람직하게, 알킬 기는 추가로 치환되지 않는다.

또한 본 발명은 화학식 I의 화합물의 제조방법을 제공한다. 화학식 I의 화합물을 공지된 조건 하에서 하이드록시 아조 염료와 적합한 알킬벤젠설포닐 클로라이드를 반응시킴에 의해 수행된다.

제조방법에서, 하기 화학식 II의 화합물을 염기성 조건하에 하기 화학식 III의 치환된 설포닐 클로라이드로 에스터화시킨다:



반응 용액의 pH는 염기를 사용하여 약 8 내지 11, 바람직하게는 9 내지 9.5에서 유지된다. 유용한 염기는 무기 염기, 특히 알칼리 또는 알칼리토 금속 수산화물 또는 카보네이트를 포함한다. 바람직한 염기는 알칼리 금속 수산화물, 예컨대 KOH, NaOH, LiOH 또는 특히 NaOH이다. 이들은 바람직하게 이들 수용액의 형태로 사용될 수 있다.

사용되는 화학식 II의 출발 화합물 및 설포닐 클로라이드는 공지된 화합물이거나 공지된 화합물로부터 출발 물질의 공지된 제조방법에 유사하게 제조될 수 있다. 파라-알킬벤젠설포닐 클로라이드의 기술 등급의 품질은 종종 상응하는 메타-이성질체의 1 내지 10%를 함유한다.

화학식 I의 염료를 공지된 과정에 따라서, 예를 들어 필요에 따라 감압하에 가온에서 알칼리 금속 염과 염색, 여과 또는 건조에 의해 반응 매질로부터 분리할 수 있다.

반응 및/또는 분리 조건에 따라서, 화학식 I의 염료를 유리 산으로서, 염으로서, 또는 예를 들어 나트륨 이온, 암모늄 이온, 알킬암모늄 양이온, 예를 들어 모노-, 다이-, 트라이메틸- 또는 에틸암모늄 양이온으로 구성된 군에서 선택된 하나 이상의 양이온을 함유하는 혼합 염으로서 수득할 수 있다. 염료를 통상적인 기법에 의해 유리 산에서부터 염 또는 혼합 염으로 또는 역으로 또는 하나의 염 형태에서 또다른 형태로 전환시킬 수 있다. 필요에 따라, 염료를 추가로 투석여과에 의해 정제할 수 있고, 이 경우에 원치 않는 염 및 합성 부산물이 조질의 음이온성 염료로부터 분리된다. 투석여과에서, 조질의 염료에, 적용된 압력 하에서 반투과성 막을 통해 힘을 가하여 염 및 합성 부산물을 제거하고 부분적으로 물을 제거한다.

화학식 I의 염료 및 이들의 염은 천연 또는 합성 폴리아마이드로 구성된 섬유 물질을 황색으로 염색 또는 날염하는데 특히 적합하다. 화학식 I의 염료 및 이들의 염은 잉크젯 인쇄 잉크용으로 적합하고 상기 잉크젯 인쇄 잉크를 사용하여 천연 또는 합성 폴리아마이드로 구성된 섬유 물질을 날염한다.

또다른 양태에 따라서 본 발명은 천연 또는 합성 폴리아마이드로 구성된 섬유 물질을 염색 및/또는 날염하기 위해서 화학식 I의 염료, 이들의 염 및 혼합물의 용도를 제공한다. 추가의 양태는 잉크젯 인쇄 잉크의 제조 및 천연 또는 합성 폴리아마이드로 구성된 섬유 물질을 날염하기 위한 이들의 용도이다.

염색은 공지된 과정에 따라서 수행되고, 이는 예를 들어 문헌[Ullmanns Encyklopadie der technischen Chemie, 4th Edition, 1982, Volume 22, pages 658-673] 또는 피터(M. Peter) 및 로에트(H.K. Rouette)의 문헌[Grundlagen der Textilveredlung, 13th Edition, 1989, pages 535-556 and 566-574]에 기술된 염색 과정을 참조한다. 소모(exhaust) 방법에서 염색은 온도 30 내지 100℃, 보다 바람직하게는 80 내지 100℃에서 3:1 내지 40:1(3:1 내지 40:1의 염료액 비는 (염색 욕의 중량 당 3부):(염색된 기재의 중량 당 1부) 내지 (염색 욕의 중량 당 40부):(염색된 기재의 중량 당 1부)) 범위의 염료액 비에서 수행되는 것이 바람직하다.

염색될 기재는 예를 들어 양, 직조 섬유, 루프-형성 편물 섬유 또는 카페트의 형태로 존재할 수 있다. 충분한 유형화된 염색은 심지어 섬세한 기재 상에서 영구적으로 가능하고, 이는 예를 들어 양모, 캐시미어, 알파카 및 모헤어이다.

본 발명에 따른 염료 및 이들의 염은 공지된 산성 염료와 크게 혼화성이다. 따라서, 화학식 I의 염료, 이들의 염 또는 혼합물은 염색 또는 날염 과정에서 단독으로 또는 동일한 부류의 다른 산성 염료, 즉 비교가능한 염색 특성, 예컨대 견뢰도 특성 및 염욕으로부터 기재 상으로의 소모 속도를 갖는 산성 염료와 함께 조성물을 조합 색상 염색 또는 날염 성분으로서 사용될 수 있다. 본 발명의 염료는 특히 적합한 발색단을 갖는 특정한 다른 염료와 함께 사용될 수 있다. 염료가 조합 색상 염색 또는 날염 조성물중 존재하는 비는 수득되는 색상에 의해 규정된다. 상기에서 언급되는 바와 같은 화학식 I의 신규한 염료는 천연 및 합성 폴리아미드, 즉 모직물, 견직물 및 모든 나일론 유형을 염색하는데 매우 유용하고, 각각에서 높은 견뢰도 수준, 특히 양호한 광 견뢰도 및 양호한 습윤 견뢰도(50℃에서 세척, 알칼리 통기성)를 갖는 염색물이 수득된다. 화학식 I 및 이들의 염의 염색은 높은 소모 및 고정 속도를 갖는다. 확립된 화학식 I 및 이들의 염의 염색의 빌드-업(build-up)성 또한 매우 양호하다. 동일한 기재 상에 온-톤(on-tone) 염색은 뛰어난 품질이 있다. 게다가 모든 염색은 인공적인 광 하에서 지속적인 색상을 갖는다. 게다가, 디커팅(decating) 및 비등에 대한 견뢰도가 양호하다.

신규한 염료의 하나의 중요한 장점은 이로써 제조된 저장 용액 및 염색 염료액의 안정성이다.

본 발명에 따른 화합물은 이들의 양호한 혼화성에 따라서 단독 염료 또는 그 외로서, 비교가능한 염색 특성을 갖는 동일한 부류의 기타 염료와 함께 조합 원소로서, 예를 들어 일반적인 견뢰도, 소모 값 등에 관해서 사용될 수 있다. 수득된 조합 색상 염색물은 단독의 염료를 갖는 염색물과 유사한 견뢰도를 갖는다.

본 발명의 화학식 I의 염료는 또한 삼색 염색 또는 날염에서 적색 성분으로서 사용될 수 있다. 삼색 염색 또는 날염은 모든 시판되고 공지되는 염색 및 날염 방법, 예컨대 연속적인 방법, 소모 방법, 발포 염색 방법 및 잉크젯 방법을 이용할 수 있다.

본 발명의 방법에서 사용되는 삼색 염색 혼합물중에서 단독의 염색 성분의 조성물은 바람직한 색상에 따른다. 예를 들어, 갈색은 바람직하게 황색 성분 55 내지 65중량%, 본 발명의 적색 성분 20 내지 30중량% 및 청색 성분 10 내지 20중량%를 이용한다.

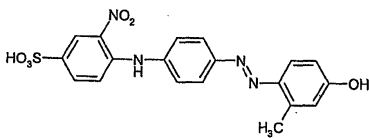
특히 바람직한 청색 및/또는 적색 성분은 독일 특허 제 DE3313337 호에 기술된다.

다음 실시예에서 부 및 %는 중량 기준이고, 온도는 ℃이다.

## 실시예

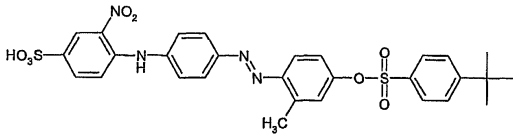
### 제조예 1

4-아미노-2'-ไน트로-4'-설포-1,1'-다이페닐아민 30.9부를 30% 수산화 나트륨 수용액을 첨가하여 pH 9.5인 물 200 부중에 용해시켰다. 아질산 나트륨 7부를 첨가한 후, 상기 용액을 물 40부, 얼음 40부 및 30% 염산 27.5부의 혼합물에 흐르게 하였다. 30분 후, 과잉의 아질산을 설파산으로 제거하고 물 40부 및 30% 수산화 나트륨 수용액 10부중에 m-크레졸 10.8부의 용액을 1시간 동안 첨가하였다. 동일한 시간 동안, 30% 수산화 나트륨 수용액으로 pH를 8로 유지하였다.



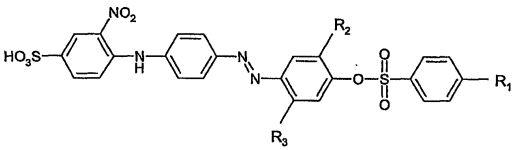
구조 O=S(=O)(O)c1ccc(Nc2ccc(N=Nc3ccc(O)c(C)c3)cc2)cc1 의 모노아조 염료의 생성된 현탁액을 85℃에서 30% 수산화 나트륨 수용액 12부로 용해시켰다. 상기 용액에 동일한 속도로 30분 동안 t-부틸벤젠-4-설포닐 클로라이드 24부를 첨가하였다. 동일한 시간 동안

안, 30% 수산화 나트륨 수용액을 첨가하여 pH를 9 내지 9.5로 유지하였다. 염화 나트륨 5부를 첨가하여 실온으로 냉각하고 여과하였다. 수득된 염료는 하기 구조를 따르고 모직물 및 합성 폴리아마이드를 양호한 견뢰도의 밝은 황금 황색으로 염색하였다.



이로써 제조된 저장 용액은 심지어 수주 동안 실온에서 투명하게 유지되었다. 다이메틸폼아마이드/물 1:1에서 측정된 그의  $\lambda_{\text{최대}}$  값은 439nm이다.

다음 실시예는 제조예 1에 유사하게 수행될 수 있다:



[표 1]

실시예	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	$\lambda_{\text{max}}$
2	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	H	-CH <sub>3</sub>	439
3	-CH(CH <sub>3</sub> )-CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	H	-CH <sub>3</sub>	439
4	-CH <sub>2</sub> -CH(CH <sub>3</sub> )-CH <sub>3</sub>	H	-CH <sub>3</sub>	439
5	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	H	-CH <sub>3</sub>	439
6	-CH(CH <sub>3</sub> )-CH <sub>3</sub>	H	-CH <sub>3</sub>	439
7	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	H	-CH <sub>3</sub>	439
8	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>	H	442

9	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{---C---CH}_3 \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	H	H	442
10	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{---C---CH}_3 \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	H	-OCH <sub>3</sub>	447
11	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{---C---CH}_3 \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	452
12	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{---C---C---CH}_3 \\   \quad   \\ \text{CH}_3 \quad \text{H}_2 \end{array}$	H	H	441
13	$\begin{array}{c} \text{---CH---CH}_2\text{---CH}_3 \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	-CH <sub>3</sub>	H	442
14	$\begin{array}{c} \text{---CH---CH}_2\text{---CH}_3 \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	H	H	441
15	$\begin{array}{c} \text{---CH---CH}_3 \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	CH <sub>3</sub>	H	442
16	$\text{---CH}_2\text{---CH}_2\text{---CH}_2\text{---CH}_3$	CH <sub>3</sub>	H	442
17	$\begin{array}{c} \text{---CH---CH}_3 \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	H	-NHCOCH <sub>3</sub>	452
18	$\text{---CH}_2\text{---CH}_2\text{---CH}_3$	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>	450

### 비교 시험 시리즈 1

나일쉬쓰-트리코트(Nylsuisse-Tricot)를 사용에 1(다음을 참조하시오)에 따라서 3x1/1 표준 깊이 1.8%로 염색하고 다음 시험을 수행하였다:

### 발한 ISO105-E04

시험편 및 인접한 섬유를, l당 1-히스티딘 모노하이드로클로라이드 일수화물 0.5g, 염화 나트륨 5g 및 이나트륨 수소 포스페이트 이수화물(1n 가성 소다로 pH 8로 조정함)을 함유하는 알칼리 발한 용액중에 실온에서 염료액 비 50:1에 완전히 젖게 하고 30분 동안 방치하고, 과잉의 용액을 쏟아붓고, 시험편을 12.5kPa(5kg/40cm<sup>2</sup>)의 압력 하에서 2개의 유리판 사이에 위치시키고 4시간 동안 37°C에서 건조 오븐에 위치시켰다. 세정 없이, 샘플을 매달아 최대 온도 60°C의 따뜻한 공기에서 건조시켰다.

### 가정 세탁 ISO 105-C06/B2S, 50°C 및 가정 세탁 ISO 105-C06/B2S, 60°C:

시험편을 강철 비이커(550ml 들이 부피)중에 인접한 미염색된 섬유와 함께 위치시키고 세제 용액(4g/l ECE 포스페이트-함유 시험 세제 B) 및 과망간산 나트륨 사수화물 1g/l 및 25 강철 구를 30분 동안 런더-오미터(Launder-Ometer)(염료액의 총량이 150ml임)에서 처리하였다. 샘플을 세정하고 매달아 최대 온도 60°C의 공기에서 건조시켰다.

### 회색 스케일 착색 ISO 105-A03에 따른 평가

평가를 위해서, 견뢰도 등급 5, 4, 3, 2 및 1에 따라서 인지되는 색상 차이를 설명하는 회색 및 백색 천의 5쌍 견본으로 구성된 5단계 회색 스케일을 사용하였다. 견뢰도 평가 또는 등급은 본래 인접한 섬유와 처리된 인접한 섬유 사이에 인지되는 색상 거리에 가장 인접한 회색 스케일의 값에 해당한다. (2개의 인접한 단계 사이의 중간은 예를 들어 2 내지 3의 중간 등급과 같다)



[표 2]

	PA 66의 등급(거의 염색된 인접한 섬유)	
수행된 시험	색 지수 산성 오렌지색 67	실시에 1의 염료
발한 ISO105-E04	2.8	3.5
가정 세탁 ISO 105-C06/B2S, 50℃	2.0	2.7
가정 세탁 ISO 105-C06/B2S, 60℃	1.2	1.6

**비교 시험 시리즈 2**

모직물 개버딘을 사용에 C(다음을 참조하시오)에 따라서 3x1/1 표준 깊이 2.2%로 염색하고 다음 시험을 수행하였다:

**고온수 70℃, ISO 105-E08**

시험편 및 인접한 섬유를 유리 막대로 팽팽하게 밀고, 안을 느슨하게 이들 위로 감고 30분 동안 70℃에서 약 산성수(아세트산으로 pH 6), 염료액 비 30:1로 처리하였다. 시험편을 유리 막대로부터 제거하고 짜내고 세정 없이 매달아 최대 온도 60℃의 따뜻한 공기에서 건조하였다. 평가: 인접한 섬유: ISO 105-A03에 따라서 착색(상기를 참조하시오)

**알칼리 밀링(milling), ISO 105-E12**

50개의 스테인레스 강철 구와 함께 시험편 및 인접한 섬유를 강철 비이커(550ml 들이 부피)중에 위치시켰다. 밀링 용액 (50g/l 비누 및 10g/l 무수 탄산 나트륨)을 염료액 3:1로 첨가하고 2시간 동안 40℃에서 런더-오미터중에 처리하였다. 이어서, 100:1의 염료액 비를 40℃의 가온된 탈염수로 조정하고 추가 10분 동안 처리하였다. 시험편을 차가운 탈염수로 세정한 다음 10분 동안 차가운 수돗물로 세정하고, 짜내고 매달아 최대 온도 60℃의 따뜻한 공기에서 건조하였다. 평가: 인접한 섬유: ISO 105-A03에 따라서 착색(상기를 참조하시오)

**물 ISO 105-E01**

인접한 섬유와 함께 시험편을 실온에서 탈이온수에 완전히 젖게하고, 과잉의 물을 쏟아부었다. 시험편을 12.5kPa(5kg/40cm<sup>2</sup>)의 압력으로 하중된 2개의 유리 막대 사이에 위치시키고 건조 오븐에서 4시간 동안 37℃중에 위치시켰다. 세정 없이 시험편을 매달아 최대 온도 60℃의 공기에서 건조하였다. 평가: 인접한 섬유: ISO 105-A03에 따라서 착색(상기를 참조하시오)

[표 3]

	거의 착색된 인접한 섬유의 등급 <sup>(1)</sup> 모직물, <sup>(2)</sup> PA 66)	
수행된 시험	색 지수 산성 오렌지색 67	실시에 1의 염료
고온수 70℃, ISO 105-E08	2.6 <sup>1)</sup>	3.8 <sup>1)</sup>
알칼리 밀링, ISO 105-E12	2.2 <sup>1)</sup>	3.4 <sup>1)</sup>
세척 40℃, 물 ISO 105-E01	3.2 <sup>1)</sup>	4.1 <sup>1)</sup>

**비교 시험 시리즈 3**

물 160ml중에 특정한 양의 염료를 90℃에서 용해시키고 생성된 용액을 90℃의 물을 첨가함에 의해 200ml로 희석하였다. 상기 용액을 25℃로 유지된 수욕에 두고 염료 용액을 25℃가 되게 한 후 염료 용액을 48시간 동안 교반 또는 진탕 없이 25℃에서 유지하였다.

용액을 시각적으로 먼저 검사하고 70mm 직경의 종이 필터(독일 디-37586 다젤 하네스스트라체 3 소재의 쉘레처 앤 스큐엘 마이크로사이언스 게엠베하(Schleicher & Schuell MicroScience GmbH)에서 시판되는 타입 1450 CV)의 2겹을 통해 여과하였다. 염료 용액 200ml의 통과 시간을 측정하고 상부 필터를 시각적으로 관찰하였다. 등급을 매기고 5 등급은 어떤 잔사도 없음을 의미하고, 4는 거의 미세한 잔사를 의미하고, 3은 보다 큰 잔사를 의미하고, 2는 거친 잔사를 의미하고, 1은 침전된 염료의 치밀한 층을 의미한다.

[표 4]

용액의 농도	48시간 후의 용액의 양상		상부 필터의 시각적인 관찰 등급		2겹 필터 층을 통과한 염료 용액 200ml의 통과 시간	
	색 지수 산성 오렌지색 67	실시에 1의 염료	색 지수 산성 오렌지색 67	실시에 1의 염료	색 지수 산성 오렌지색 67	실시에 1의 염료
6g/ℓ	1)	2)	4	4	16초	6초
12g/ℓ	1)	2)	3	3 내지 4	27초	7초
20g/ℓ	1)	2)	2 내지 3	3	33초	7초
30g/ℓ	1)	2)	1 내지 2(잔사)	2 내지 3	95초	8초
1) 냉각후 즉시 흐리게 변함 2) 냉각 후 투명하게 남아있음						

**사용예 A**

물 2000부, 약 양이온-활성 균염제 1부(에톡실화된 아미노프로필 지방산 아마이드를 기제로 하고 염료에 대한 친화성을 가짐), 제조예 1의 염료 0.5부로 구성되고 40% 아세트산 1 내지 2부로 pH 5로 조정된 40℃의 염욕에 나일론-6 섬유 100부를 도입하였다. 40℃에서 10분 후, 염욕을 분당 1℃의 속도로 98℃로 가열한 후 45 내지 60분 동안 비등으로 유지하였다. 이후에 70℃로 15분 동안 냉각하였다. 염색물을 욕으로부터 제거하고, 고온수 다음에 냉수로 세정하고 건조시켰다. 수득된 결과물은 양호한 광 및 습윤 견뢰도를 갖는 황색 폴리아마이드 염색물이다.

**사용예 B**

물 2000부, 약 양이온-활성 균염제 1부(에톡실화된 아미노프로필 지방산 아마이드를 기제로 하고 염료에 대한 친화성을 가짐), 제조예 1의 염료 0.5부로 구성되고 40% 아세트산 1 내지 2부로 pH 5.5로 조정된 40℃의 염욕에 나일론-6,6 섬유 100부를 도입하였다. 40℃에서 10분 후, 염욕을 분당 1.5℃의 속도로 120℃로 가열한 후 15 내지 25분 동안 상기 온도에서 유지하였다. 이후에 70℃로 25분 동안 냉각하였다. 염색물을 욕으로부터 제거하고, 고온수 다음에 냉수로 세정하고 건조시켰다. 수득된 결과물은 양호한 균염도를 갖고 양호한 광 및 습윤 견뢰도를 갖는 황색 폴리아마이드 염색물이다.

**사용예 C**

물 4000부, 약 양쪽성 균염제 1부(설페이트화되고 에톡실화된 지방산 아마이드를 기제로 하고 염료에 대한 친화성을 가짐), 제조예 1의 염료 0.8부로 구성되고 40% 아세트산 1 내지 2부로 pH 5로 조정된 40℃의 염욕에 모직물 섬유 100부를 도입하였다. 40℃에서 10분 후, 염욕을 분당 1℃의 속도로 비등으로 가열한 후 40 내지 60분 동안 비등으로 유지하였다. 이후에 70℃로 20분 동안 냉각하였다. 염색물을 욕으로부터 제거하고, 고온수 다음에 냉수로 세정하고 건조시켰다. 수득된 결과물은 양호한 광 및 습윤 견뢰도를 갖는 황색 모직 염색물이다.

**사용예 D**

직조된 나일론-6 물질 100부를 제조예 1의 염료 40부, 우레아 100부, 부틸다이글라이콜을 기제로 하는 비이온성 가용화제 20부, 아세트산(pH 4로 조정됨) 15 내지 20부, 에톡실화된 아미노프로필 지방산 아마이드를 기제로 하고 염료에 대한 친화성을 갖는 약 양이온-활성 균염제 10부 및 물(충전용 염료액 1000부에 맞추는 양) 810 내지 815부로 구성된 50℃ 염료액으로 채웠다.

따라서 함쳐진 물질을 회전시키면서 85 내지 98℃에서 3 내지 6시간 동안 고정하기 위해서 포화 증기 조건 하에서 증기 챔버내에 머무르게 하였다. 이어서, 염색물을 고온수 및 냉수로 세정하고 건조하였다. 수득된 결과물은 조각으로 양호한 균질화 및 양호한 광 및 습윤 견뢰도를 갖는 황색 나일론 염색물이다.

**사용예 E**

나일론-6으로 구성되고 합성 기재 섬유를 갖는 직물 컷 파일 시이트 물질을 1000부당 제조예 1의 염료 2부, 콩과 가루 에터를 기재로 하는 시판되는 증점제 4부, 고급 알킬페놀의 비이온성 에틸렌 옥사이드 부가제 2부 및 아세트산 1부를 함유하는 염료액으로 채웠다.

1000부당 다음 성분, 즉 시판되는 알콕실화 지방 알킬아민(교체 생성물) 20부 및 콩과 가루 에터를 기재로 하는 시판되는 증점제 20부를 함유하는 페이스트로 날염하여 수행하였다.

날염물을 100℃에서 포화 증기내에 6분 동안 고정시키고, 세정하고 건조하였다. 수득된 결과물을 황색 및 백색 유형을 갖는 고른-색상의 커버 물질이다.

#### 사용예 F

물 2000부, 약 양이온-활성 균염제(에톤실화된 아미노프로필 지방산 아마이드를 기재로 하고 염료에 대한 친화성을 가짐) 1부, 제조예 1의 염료 0.5부, 색 지수 적색 336의 시판되는 제제 0.4부 및 색 지수 산성 청색 350의 시판되는 제제 0.5부로 구성되고 40% 아세트산 1 내지 2부로 pH 5로 조정된 40℃의 염욕에 직조된 모직물 섬유 100부를 도입하였다. 40℃에서 10분 후, 염욕을 분당 1℃의 속도로 98℃로 가열한 후 45 내지 60분 동안 비등으로 유지하였다. 이후에 70℃로 15분 동안 냉각하였다. 염색물을 욕으로부터 제거하고, 고온수 다음에 냉수로 세정하고 건조시켰다. 수득된 결과물은 양호한 광 및 습윤 견뢰도를 갖는 고른 갈색 모직 염색물이다.

#### 사용예 G

크롬-태닝(tanned)되고 합성 재태닝된 셰이브(shave)-습윤 조직 가죽 100부를 30분 동안 물 300부 및 제조예 1의 염료 2부의 욕 55℃에서 염색하였다. 아황산 어유의 60% 유화액 4부를 첨가한 후, 가죽을 45분 동안 패트리퀴화(fatliquore)하였다. 이어서, 8.5% 폼산으로 산성화하고 10분 동안 밀링하였다(욕내에 최종 pH 3.5 내지 4.0). 이어서, 가죽을 세정한 후, 담금 건조하고 통상적으로 마무리처리하였다. 수득된 결과물은 양호한 견뢰도를 갖는 고르고 투명한 황색이다.

사용예 A 내지 G는 또한 유사한 결과를 갖는 염료 2 내지 18로 수행될 수 있다.

#### 사용예 H

제조예 3의 염료 3부를 탈염수 82부 및 디에틸렌 글라이콜 15부중에 60℃에서 용해시켰다. 실온으로 냉각하고 종이 또는 폴리아마이드 및 모직물 상에 잉크젯 날염에 상당히 적합한 황색 인쇄 잉크를 수득하였다.

사용예 H는 또한 유사한 결과를 갖는 염료 1 또는 2 및 4 내지 18로 수행될 수 있다.