

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 368 443**

51 Int. Cl.:
C09B 67/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **06754984 .0**
96 Fecha de presentación: **03.05.2006**
97 Número de publicación de la solicitud: **1879964**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **23.01.2008**

54 Título: **MEZCLAS DE TINCIÓN.**

30 Prioridad:
13.05.2005 EP 05104029

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
17.11.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
17.11.2011

73 Titular/es:
**HUNTSMAN ADVANCED MATERIALS (SWITZERLAND) GMBH
KLYBECKSTRASSE 200
4057 BASEL, CH**

72 Inventor/es:
**CLÉMENT, Antoine;
ARQUINT, Alfons y
LAUK, Urs**

74 Agente: **Zuazo Araluze, Alexander**

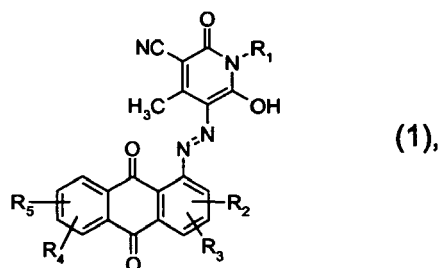
ES 2 368 443 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

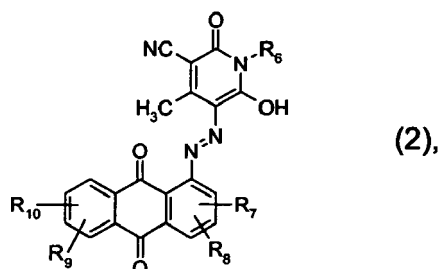
DESCRIPCION

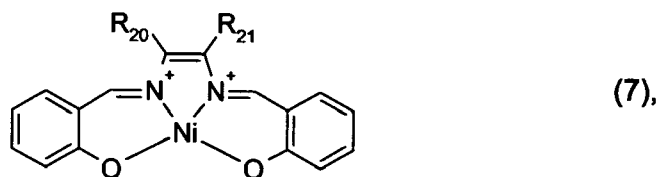
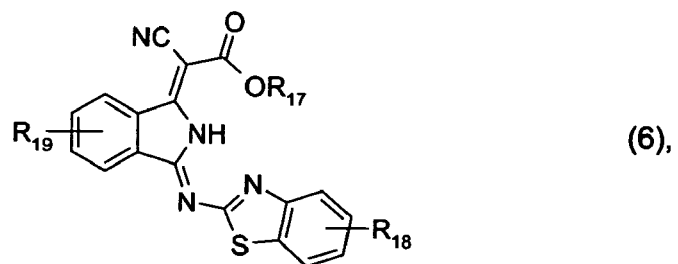
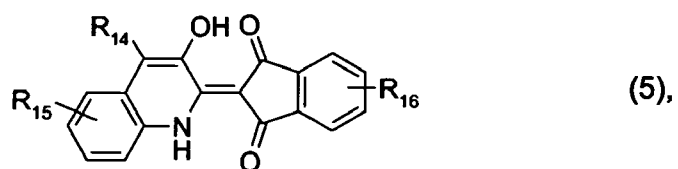
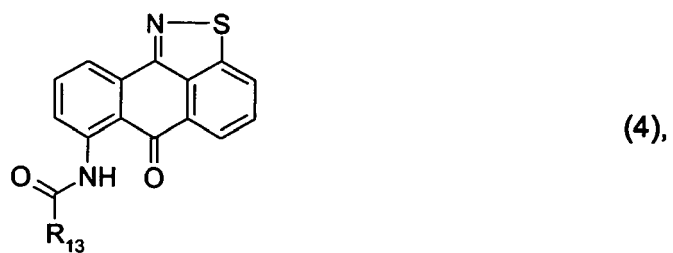
Mezclas de tinción

- 5 La presente invención se refiere a mezclas de tintes de antraquinona-azo y al uso de las mismas en la tinción o impresión de materiales de fibras hidrófobos sintéticos o semisintéticos.
- En el documento EP-A 43937 se describen tintes de antraquinona-azo que, gracias a sus propiedades de inalterabilidad a la luz y a la migración, pueden usarse en una variedad de aplicaciones de pigmentos, tales como, por ejemplo, en pinturas y en la coloración de papel y plásticos.
- 10 En la patente estadounidense 3.640.674 se proponen tintes de azo basados en 4-metil-5-ciano-6-hidroxi-2-piridonas como componente de acoplamiento para la tinción de materiales textiles sintéticos.
- 15 El documento EP-A 0 601 439 da a conocer mezclas de tinción que comprenden al menos 6 tintes de azo isocromáticos preparados a partir de 3-ciano-4-metilpiridinas sustituidas y componentes de diazo de la serie de anilina, aminotiofeno, aminotiazol, aminoisotiazol o aminobencisotiazol, que prácticamente no presentan dependencia de la temperatura del comportamiento de absorción y tienen una baja tendencia hacia la recristalización en forma dispersa.
- 20 Los pigmentos de antraquinona-azo basados en 4-metil-5-ciano-6-hidroxi-2-piridonas como componente de acoplamiento descritos en la patente estadounidense 4.709.019 presentan un alto grado de inalterabilidad a la luz y a la migración y son especialmente adecuados para la coloración de plásticos.
- 25 Ahora se ha encontrado sorprendentemente que mezclas específicas que comprenden al menos un tinte de antraquinona-azo también son adecuadas para teñir fibras de poliéster en el método de agotamiento. Las tinciones obtenidas se distinguen por un alto grado de inalterabilidad a la luz a alta temperatura y por una alta intensidad de tinción.
- 30 La presente invención por consiguiente se refiere a una mezcla de tinción que comprende (A) desde el 20 hasta el 80% en peso, preferiblemente desde el 25 hasta el 60% en peso, especialmente desde el 30 hasta el 50% en peso, de uno o más compuestos de fórmula (1)

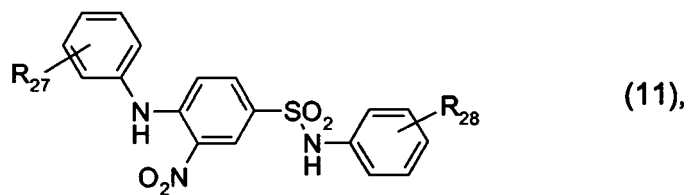
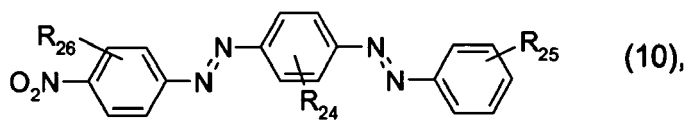
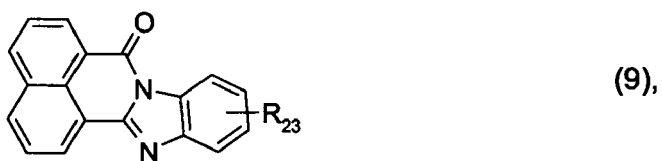


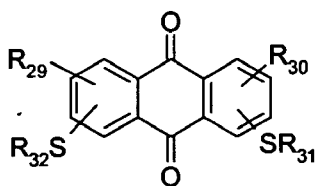
- en la que R₁ es alquilo C₁-C₁₂, o alquilo C₂-C₁₂ interrumpido por uno o más átomos de oxígeno y/o grupos -COO- y R₂, R₃, R₄ y R₅, cada uno independientemente de los otros, son hidrógeno, alquilo C₁-C₁₂, cloro, bromo, hidroxilo o amino y
- 35 (B) desde el 20 hasta el 80% en peso, preferiblemente desde el 25 hasta el 60% en peso, especialmente desde el 30 hasta el 50% en peso, de al menos un compuesto de fórmulas (2) - (12)





5





(12),

- en las que R₆ es alquilo C₁-C₁₂, o alquilo C₂-C₁₂ interrumpido por uno o más átomos de oxígeno y/o grupos -COO- y R₇, R₈, R₉ y R₁₀, cada uno independientemente de los otros, son hidrógeno, alquilo C₁-C₁₂, cloro, bromo, hidroxilo o amino, con la condición de que el radical R₆ en la fórmula (2) es diferente del radical R₁ en la fórmula (1), X es el radical de un componente de acoplamiento de la serie de benceno, indeno o carbazol,
- 5 R₁₁ y R₁₂, cada uno independientemente del otro, son Cl, Br, CF₃ o CN,
 R₁₃ es alquilo C₁-C₁₂, arilo C₅-C₂₄ o aralquilo C₆-C₃₀,
 R₁₄ es H, Cl, Br o alquilo C₁-C₁₂,
 R₁₅ y R₁₆, cada uno independientemente del otro, son H, Cl, Br, alquilo C₁-C₁₂, alcoxilo C₁-C₁₂ o -COOR₃₃, en el que R₃₃
 10 es alquilo C₁-C₁₂ o alcoxi(C₁-C₁₂)-alquilo C₁-C₁₂,
 R₁₇ es alquilo C₁-C₁₂ o alcoxi(C₁-C₁₂)-alquilo C₁-C₁₂,
 R₁₈ y R₁₉, cada uno independientemente del otro, son H, Cl, Br, alquilo C₁-C₁₂, alcoxilo C₁-C₁₂ o -COOR₃₃, en el que R₃₃
 es tal como se definió anteriormente en el presente documento,
 15 R₂₀ y R₂₁, cada uno independientemente del otro, son H, Cl, Br, CF₃ o CN o R₂₀ y R₂₁ juntos forman un anillo
 cicloalifático o aromático de seis miembros,
 Y es el radical de un componente diazo de la serie de óxido de benceno, naftaleno, difenilo, azobenceno, tiofeno,
 benzotiazol, bencisotiazol, tiadiazol, indazol, benzotriazol, pirazol, cromona, ftalimida o difenileno,
 R₂₂ es H, alquilo C₁-C₁₂ o alcoxi(C₁-C₁₂)-alquilo C₁-C₁₂,
 R₂₃ es H, Cl, Br, alquilo C₁-C₁₂, alcoxilo C₁-C₁₂ o -COOR₃₃, en el que R₃₃ es tal como se definió anteriormente en el
 20 presente documento,
 R₂₄, R₂₅ y R₂₆, cada uno independientemente del otro, son H, Cl, Br, OH, alquilo C₁-C₁₂, alcoxilo C₁-C₁₂ o -COOR₃₃, en el
 que R₃₃ es tal como se definió anteriormente en el presente documento,
 R₂₇ y R₂₈, cada uno independientemente del otro, son H, Cl, Br o alquilo C₁-C₁₂,
 R₂₉ y R₃₀, cada uno independientemente del otro, son H, Cl, Br, OH, alquilo C₁-C₁₂, alcoxilo C₁-C₁₂ o -COOR₃₃, en el que
 25 R₃₃ es tal como se definió anteriormente en el presente documento, y
 R₃₁ y R₃₂ son alquilo C₁-C₁₂, arilo C₅-C₂₄ o aralquilo C₆-C₃₀,
 siendo la suma de los componentes (A) + (B) el 100% en peso.

30 Los tintes de fórmulas (1) y (2) se conocen, por ejemplo, del documento EP-A 43 937.

Cualquiera de los radicales en fórmulas (1) - (12) que son alquilo pueden ser radicales ramificados o de cadena lineal.

35 Ejemplos son metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, sec-butilo, terc-butilo, n-pentilo, neopentilo, n-hexilo, 2-etilhexilo, n-heptilo, n-octilo, n-nonilo, n-decilo y n-dodecilo.

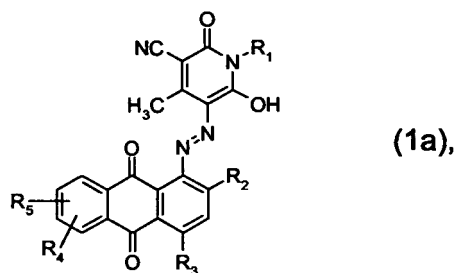
Los radicales alcoxilo también pueden ser ramificados o de cadena lineal. Ejemplos de radicales alcoxilo adecuados son metoxilo, etoxilo, n-propoxilo, isopropoxilo, terc-butoxilo, n-pentiloxilo, n-hexiloxilo y n-deciloxilo.

40 Los radicales arilo son, por ejemplo, fenilo, tolilo, mesitilo, isitilo, naftilo y antrilo.

Grupos aralquilo adecuados son, por ejemplo, bencilo y 2-feniletilo.

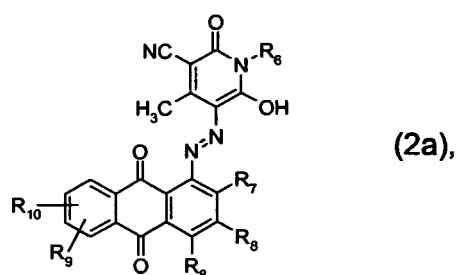
45 Alquilo C₂-C₁₂ interrumpido por uno o más átomos de oxígeno y/o grupos -COO- es, por ejemplo, 2-metoxietilo, 2-etoxietilo, 2-(2-etoxietoxi)etilo, -CH₂CH₂OCH₂CH₂OCH₃, -CH₂CH₂OCH₂CH₂OCH₂CH₂OCH₃, -CH₂CH₂OCH₂CH₂OCH₂CH₂OC₂H₅, -CH₂CH₂OCH₂CH₂OCH₂CH₂OCH₃, -CH₂CH₂OCH₂CH₂OCH₂CH₂OC₂H₅, -CH₂CH₂COOCH₃, -CH₂CH₂COOC₂H₅, -CH₂CH₂CH₂CH₂COOCH₃, -CH₂CH₂CH₂CH₂COOC₂H₅, -CH₂CH₂OCH₂CH₂COOCH₃ o -CH₂CH₂OCH₂CH₂COOC₂H₅.

50 Las mezclas de tinción según la invención a las que se dan preferencia comprenden, como componente (A), un compuesto de fórmula (1a)



en la que R_2 y R_3 son idénticos y son cada uno hidrógeno, cloro o bromo y R_1 , R_4 y R_5 son tal como se definieron anteriormente.

- 5 También se da preferencia a mezclas de tinción que comprenden, como componente (B), un compuesto de fórmula (2a)



en la que R_7 y R_8 son idénticos y son cada uno hidrógeno, cloro o bromo y R_6 , R_9 y R_{10} son tal como se definieron anteriormente.

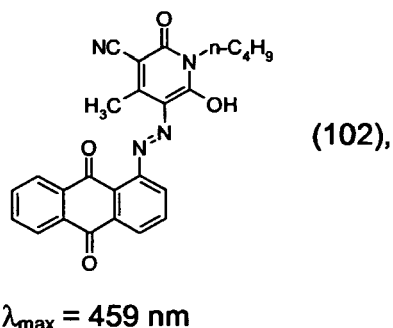
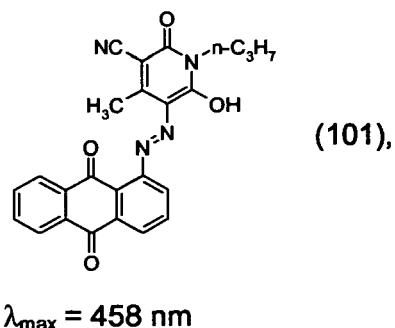
- 10 Los componentes A preferidos son compuestos de fórmula (1) en la que R_4 y R_5 son hidrógeno o cloro.

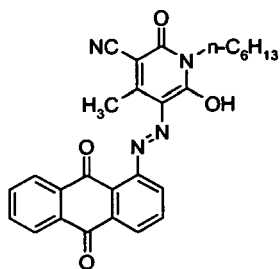
Los componentes B preferidos son compuestos de fórmula (2) en la que R_9 y R_{10} son hidrógeno o cloro.

- 15 También se da preferencia a mezclas de tinción que comprenden, como componente (A), un compuesto de fórmula (1) en la que R_1 es etilo, n-propilo, n-butilo, isobutilo, n-hexilo, 2-etilhexilo o 3-isopropoxipropilo y R_2 , R_3 , R_4 y R_5 son tal como se definieron anteriormente.

- 20 Se da preferencia además a mezclas de tinción que comprenden, como componente (B), un compuesto de fórmula (2) en la que R_6 es etilo, n-propilo, n-butilo, isobutilo, n-hexilo, 2-etilhexilo o 3-isopropoxipropilo y R_7 , R_8 , R_9 y R_{10} son tal como se definieron anteriormente.

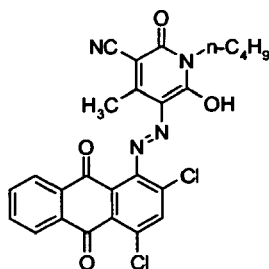
Los componentes (A) o (B) adecuados son, por ejemplo, los compuestos de fórmulas (101) a (127):





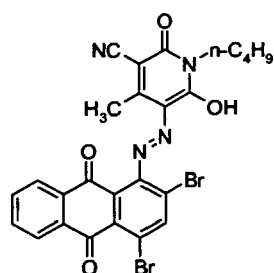
(103),

$\lambda_{\max} = 461 \text{ nm}$



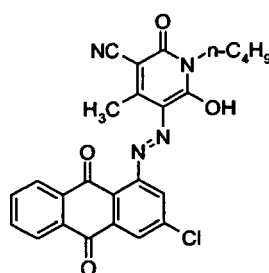
(104),

$\lambda_{\max} = 399 \text{ nm}$



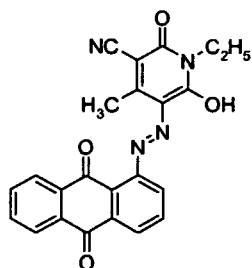
(105),

$\lambda_{\max} = 397 \text{ nm}$



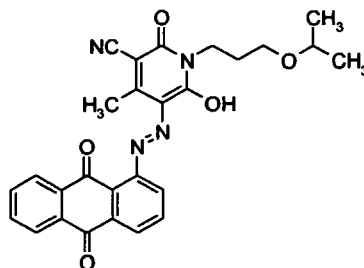
(106),

$\lambda_{\max} = 445 \text{ nm}$



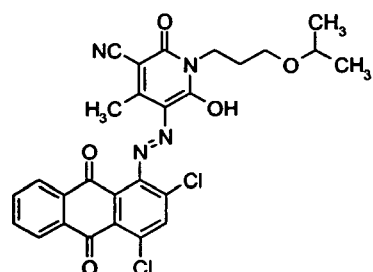
(107),

$\lambda_{\max} = 458 \text{ nm}$



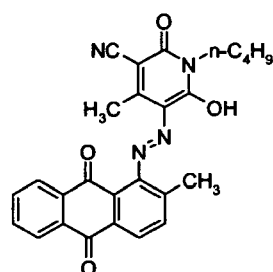
(108),

$\lambda_{\max} = 460 \text{ nm}$



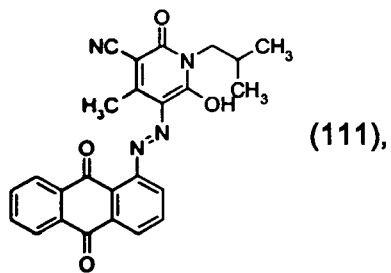
(109),

$\lambda_{\max} = 400 \text{ nm}$

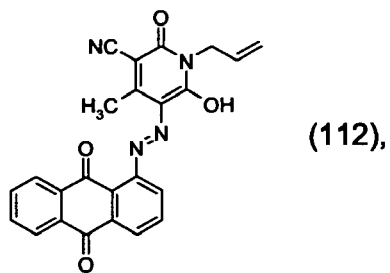


(110),

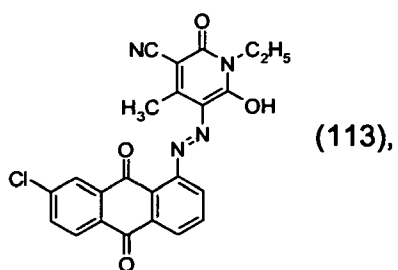
$\lambda_{\max} = 465 \text{ nm}$



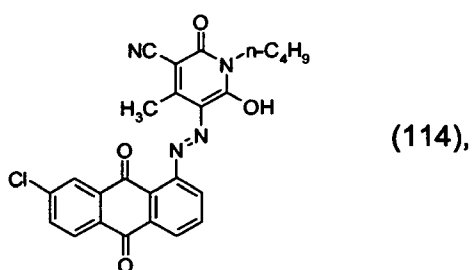
$\lambda_{\max} = 458 \text{ nm}$



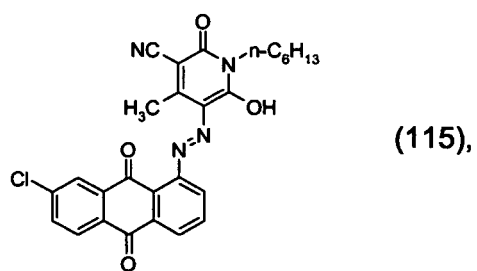
$\lambda_{\max} = 457 \text{ nm}$



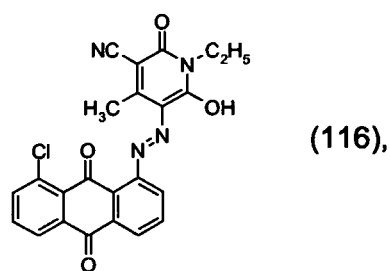
$\lambda_{\max} = 465 \text{ nm}$



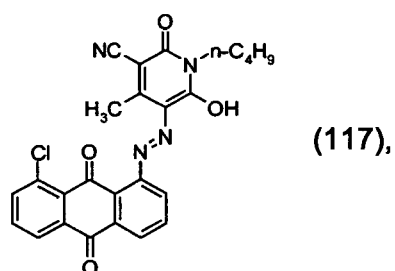
$\lambda_{\max} = 462 \text{ nm}$



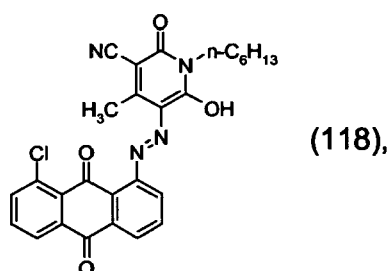
$\lambda_{\max} = 458 \text{ nm}$



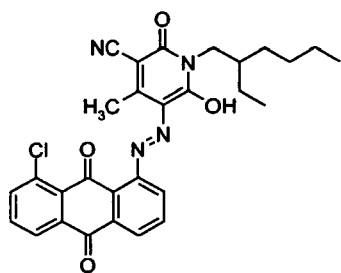
$\lambda_{\max} = 456 \text{ nm}$



$\lambda_{\max} = 456 \text{ nm}$

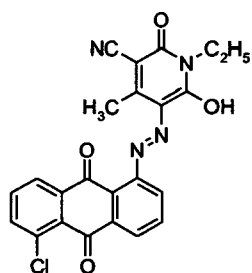


$\lambda_{\max} = 456 \text{ nm}$



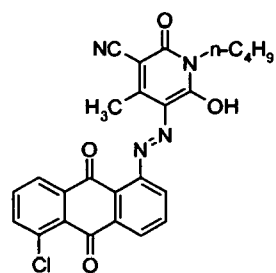
(119),

$\lambda_{\max} = 456 \text{ nm}$



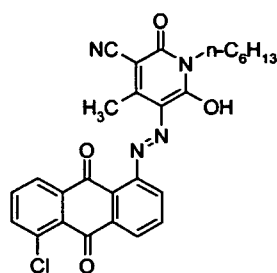
(120),

$\lambda_{\max} = 461 \text{ nm}$



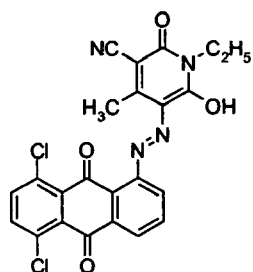
(121),

$\lambda_{\max} = 460 \text{ nm}$



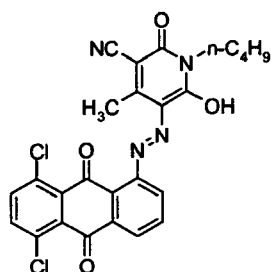
(122),

$\lambda_{\max} = 458 \text{ nm}$



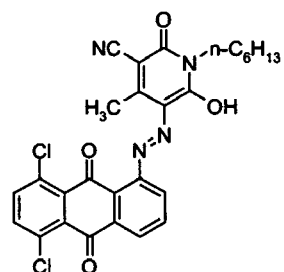
(123),

$\lambda_{\max} = 458 \text{ nm}$



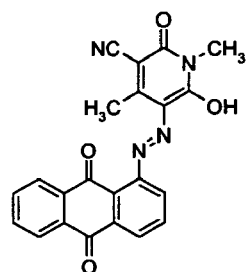
(124),

$\lambda_{\max} = 454 \text{ nm}$



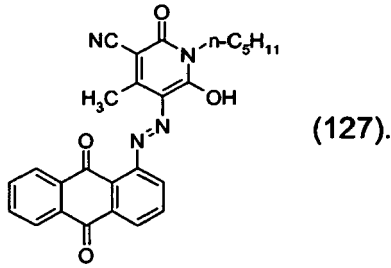
(125),

$\lambda_{\max} = 454 \text{ nm}$



(126),

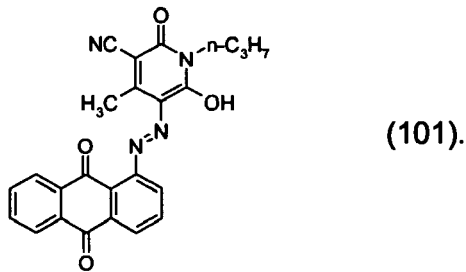
$\lambda_{\max} = 459 \text{ nm}$



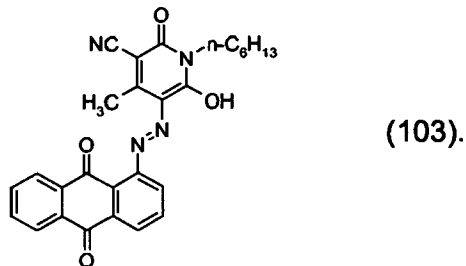
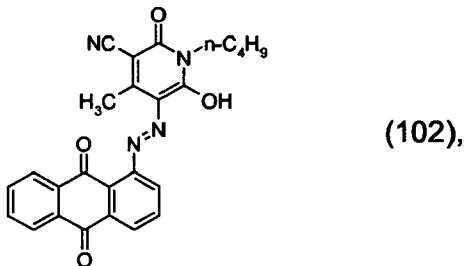
$\lambda_{\max} = 458 \text{ nm}$

Las mezclas de tinción según la invención comprenden preferiblemente dos o tres, especialmente dos, tintes diferentes de fórmula (2).

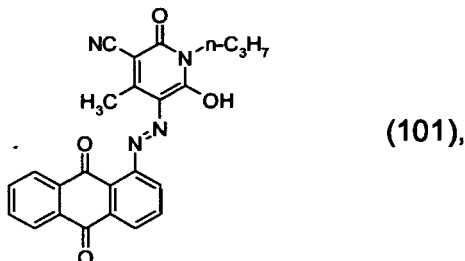
- 5 Se prefiere como componente (A) el compuesto de fórmula (101)



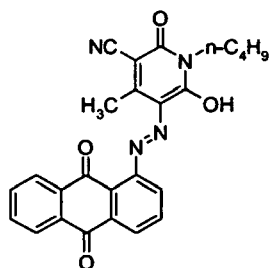
Las mezclas de tinción a las que se dan preferencia comprenden, como componente (B), el compuesto de fórmula (102) y/o el compuesto de fórmula (103)



- 10 Se da especial preferencia a mezclas de tinción que contienen desde el 20 hasta el 80% en peso, preferiblemente desde el 25 hasta el 60% en peso, especialmente desde el 30 hasta el 50% en peso, del compuesto de fórmula (101)

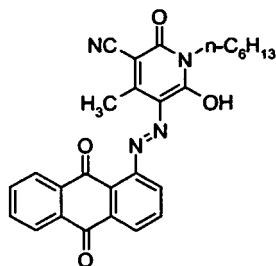


desde el 10 hasta el 60% en peso, preferiblemente desde el 20 hasta el 50% en peso, especialmente desde el 25 hasta el 40% en peso, del compuesto de fórmula (102)



(102),

y desde el 10 hasta el 60% en peso, preferiblemente desde el 20 hasta el 50% en peso, especialmente desde el 25 hasta el 40% en peso, del compuesto de fórmula (103)



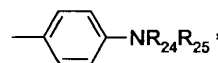
(103),

5 siendo la suma de los compuestos de fórmulas (101), (102) y (103) siempre el 100% en peso.

Las mezclas de tinción según la invención también pueden usarse ventajosamente con otros tintes naranjas, amarillos o marrones.

10 La cantidad de tinte distinta de los compuestos de fórmulas (1) y (2) es ventajosamente de desde el 1 hasta el 50% en peso, preferiblemente desde el 5 hasta el 40% en peso y especialmente desde el 10 hasta el 30% en peso, basándose en la cantidad total de los tintes.

15 Se da preferencia a compuestos de fórmula (3), en la que X es el radical



en el que R₂₄ y R₂₅ son

20 Ejemplos de tintes adecuados de fórmulas (3) a (12) son amarillo disperso C.I. 163, naranja disperso C.I. 157, naranja disperso C.I. 30, naranja disperso C.I. 155, marrón amarillento Dianix AM-R, marrón amarillento Dianix KIS-M, amarillo disperso C.I. 51, amarillo disperso C.I. 65, amarillo disperso C.I. 64, amarillo disperso C.I. 149, amarillo Dianix AM-SLR, naranja Dianix AM-SLR, marrón disolvente C.I. 53, amarillo disolvente C.I. 97, C.I. pigmento naranja 70, amarillo disperso C.I. 114, amarillo disperso C.I. 71, naranja disperso C.I. 29, amarillo disperso C.I. 42, amarillo disperso 86 y amarillo disolvente C.I. 163.

25 Las mezclas de tinción según la invención pueden prepararse de manera habitual combinando los componentes con ayuda de aparatos de mezclado conocidos (por ejemplo agitadores, rodillos).

30 Las mezclas de tinción según la invención pueden usarse en la tinción e impresión de materiales de fibras hidrófobos semisintéticos y, especialmente, sintéticos, especialmente materiales textiles. Los materiales textiles de combinaciones de tejido que comprenden tales materiales textiles hidrófobos semisintéticos o sintéticos también pueden teñirse o imprimirse usando las mezclas de tinción según la invención.

Los materiales textiles semisintéticos que se tienen en consideración son especialmente acetato de celulosa 2½ y triacetato de celulosa.

35 Los materiales textiles hidrófobos sintéticos consisten especialmente en poliésteres aromáticos lineales, por ejemplo poliésteres de ácido tereftálico y glicoles, especialmente etilenglicol, o productos de condensación de ácido tereftálico y 1,4-bis(hidroximetil)ciclohexano; en policarbonatos, por ejemplo policarbonatos obtenidos de □, □ dimetil-4,4'-dihidroxidifenilmetano y fosgeno, y en fibras basadas en poli(cloruro de vinilo) y una poliamida.

40 Las mezclas de tinción según la invención pueden aplicarse en los materiales textiles según métodos de tinción conocidos. Por ejemplo, se tiñen materiales de fibras de poliéster en el método de agotamiento a partir de la dispersión acuosa en presencia de dispersantes no iónicos o aniónicos habituales y, opcionalmente, agentes de hinchamiento habituales (vehículos) a temperaturas de desde 80 hasta 140°C. Preferiblemente se tiñe acetato de celulosa 2½ a desde aproximadamente 65 hasta 85°C y triacetato de celulosa a temperaturas de hasta 115°C. Las mezclas de tinción según

la invención también son adecuadas para su uso en la tinción de combinaciones de poliéster, tales como, por ejemplo, combinaciones de fibra de celulosa/poliéster.

5 Las mezclas de tinción según la invención son adecuadas para teñir según el método termosol, en el método de agotamiento y continuo, y para procesos de impresión. Se prefiere el método de agotamiento. La razón del baño depende de los parámetros del aparato, del sustrato y de la constitución, pero puede seleccionarse de dentro de un amplio intervalo, por ejemplo desde 1:4 hasta 1:100; sin embargo, está preferiblemente en el intervalo de desde 1:6 hasta 1:25.

10 Dicho material textil puede estar en una variedad de formas de procesamiento, tales como, por ejemplo, en forma de fibras, hilos o materiales textiles no tejidos, en forma de materiales textiles tejidos o materiales textiles tricotados.

15 Resulta ventajoso convertir las mezclas de tinción según la invención en una preparación de tinción antes de su uso. Para ese fin, se trituran los tintes tanto que su tamaño de partícula es en promedio de desde 0,1 hasta 10 micras. La trituración puede llevarse a cabo en presencia de dispersantes. Por ejemplo, se tritura el tinte seco con un dispersante o se amasa en forma de pasta con un dispersante y entonces se seca a vacío o mediante atomización. Las preparaciones así obtenidas pueden usarse, tras la adición de agua, para preparar pastas de impresión y baños de tinte.

20 Para imprimir, se usará los espesantes habituales, por ejemplo productos naturales modificados o no modificados, por ejemplo alginatos, goma británica, goma arábiga, goma de cristal, harina de algarroba, goma tragacanto, carboximetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, almidón o productos sintéticos, por ejemplo poli(acrilamidas, poli(ácido acrílico) o copolímeros de los mismos, o poli(alcoholes vinílicos).

25 Las mezclas de tinción según la invención confieren a los materiales mencionados, especialmente al material de poliéster, tonos de color uniformes que tienen alta intensidad de tinción y muy buenas propiedades de inalterabilidad en uso, tales como, especialmente, buena inalterabilidad a la luz, especialmente muy buena inalterabilidad a la luz a alta temperatura.

30 Pueden lograrse propiedades de inalterabilidad a la luz especialmente buenas cuando las mezclas de tinción según la invención comprenden adicionalmente absorbentes de UV.

Las mezclas de tinción según la invención también pueden usarse fácilmente junto con otros tintes para producir tonos mixtos.

35 Las mezclas de tinción según la invención también son adecuadas además para teñir materiales de fibras hidrófobos a partir de CO₂ supercrítico.

40 La presente invención también se refiere al uso mencionado anteriormente de las mezclas de tinción según la invención y a un método de tinción o impresión de materiales de fibras hidrófobos sintéticos o semisintéticos, especialmente materiales textiles, que comprende aplicar una mezcla de tinción según la invención a dichos materiales o incorporarla a los mismos. Los materiales de fibras hidrófobos mencionados son preferiblemente materiales de poliéster textiles. Los sustratos adicionales que pueden tratarse mediante el procedimiento según la invención y también las condiciones de procedimiento preferidas pueden encontrarse anteriormente en el presente documento en la explicación más detallada del uso de las mezclas de tinción según la invención.

45 Los siguientes ejemplos sirven para ilustrar la invención. A menos que se indique lo contrario, las partes son partes en peso y los porcentajes son porcentajes en peso. Las temperaturas se dan en grados Celsius. La relación entre partes en peso y partes por volumen es la misma que entre gramos y centímetros cúbicos.

50 Ejemplo 1:

Se sumergen 100 g de material textil de poliéster a temperatura ambiente, a una razón del baño de 1:20, en un baño que contiene 0,5 g de la mezcla de tinción que comprende los tintes de azo de fórmula (104), (107) y (108) en una razón de 1:1:1, 1 g/l de sulfato de amonio y 0,5 g/l de un agente de nivelación comercial, habiéndose ajustado el baño hasta un valor de pH de desde 4,5 hasta 5 usando ácido fórmico al 80%. Entonces se calienta el baño en primer lugar a una velocidad de calentamiento de 3°C/minuto hasta 60°C y luego a una velocidad de calentamiento de 2°C/minuto hasta 135°C.

60 A 135°C, se lleva a cabo la tinción durante 60 minutos. Entonces se enfría el baño hasta 40°C, y se lava el material textil de poliéster teñido con agua y se limpia de manera reductora a desde 70 hasta 80°C, durante 20 minutos, en un baño que contiene 5 ml/l de disolución de hidróxido de sodio al 30%, 2 g/l de disolución de ditonita de sodio al 85% y 1 g/l de un detergente comercial. Entonces se lava la tinción terminada con agua y se seca.

65 Se obtiene una tinción amarillo limón de fuerte tinción que tiene buenas propiedades de inalterabilidad en todos los aspectos, especialmente propiedades de inalterabilidad a la luz a alta temperatura que son excelentes.

Ejemplo 2:

- 5 Se sumergen 100 g de material textil de poliéster a temperatura ambiente, a una razón del baño de 1:20, en un baño que contiene 0,6 g de la mezcla de tinción que comprende los tintes de azo de fórmulas (101), (102) y (103) en una razón de 1:1:1, 1 g/l de sulfato de amonio y 0,5 g/l de un agente de nivelación habitual, habiéndose ajustado el baño hasta un valor de pH de desde 4,5 hasta 5 usando ácido fórmico al 80%. Entonces se calienta el baño en primer lugar a una velocidad de calentamiento de 3°C/minuto hasta 60°C y luego a una velocidad de calentamiento de 2°C/minuto hasta 135°C.
- 10 A 135°C, se lleva a cabo la tinción durante 60 minutos. Entonces se enfría el baño hasta 40°C, y se lava el material textil de poliéster teñido con agua y se limpia de manera reductora a desde 70 hasta 80°C, durante 20 minutos, en un baño que contiene 5 ml/l de disolución de hidróxido de sodio al 30%, 2 g/l de disolución de ditionita de sodio al 85% y 1 g/l de un detergente comercial. Entonces se lava la tinción terminada con agua y se seca.
- 15 Se obtiene una tinción amarilla de fuerte tinción que tiene buenas propiedades de inalterabilidad en todos los aspectos, especialmente propiedades de inalterabilidad a la luz a alta temperatura que son excelentes.

Ejemplo 3:

- 20 Se sumergen 100 g de material textil de poliéster a temperatura ambiente, a una razón del baño de 1:20, en un baño que contiene 0,5 g de la mezcla de tinción que comprende los tintes de azo de fórmulas (108) y (109) en una razón de 30:70, 1 g/l de sulfato de amonio y 0,5 g/l de un agente de nivelación habitual, habiéndose ajustado el baño hasta un valor de pH de desde 4,5 hasta 5 usando ácido fórmico al 80%. Entonces se calienta el baño en primer lugar a una velocidad de calentamiento de 3°C/minuto hasta 60°C y luego a una velocidad de calentamiento de 2°C/minuto hasta 135°C.
- 25 A 135°C, se lleva a cabo la tinción durante 60 minutos. Entonces se enfría el baño hasta 40°C, y se lava el material textil de poliéster teñido con agua y se limpia de manera reductora a desde 70 hasta 80°C, durante 20 minutos, en un baño que contiene 5 ml/l de disolución de hidróxido de sodio al 30%, 2 g/l de disolución de ditionita de sodio al 85% y 1 g/l de un detergente comercial. Entonces se lava la tinción terminada con agua y se seca.
- 30 Se obtiene una tinción amarilla de fuerte tinción que tiene buenas propiedades de inalterabilidad en todos los aspectos, especialmente propiedades de inalterabilidad a la luz a alta temperatura que son excelentes.

Ejemplo 4:

- 35 Se sumergen 100 g de material textil de poliéster a temperatura ambiente, a una razón del baño de 1:20, en un baño que contiene 0,7 g de la mezcla de tinción que comprende los tintes de azo de fórmulas (101), (102), (103) y amarillo disolvente C.I. 163 en una razón de 10:20:20:50, 1 g/l de sulfato de amonio y 0,5 g/l de un agente de nivelación habitual, habiéndose ajustado el baño hasta un valor de pH de desde 4,5 hasta 5 usando ácido fórmico al 80%. Entonces se calienta el baño en primer lugar a una velocidad de calentamiento de 3°C/minuto hasta 60°C y luego a una velocidad de calentamiento de 2°C/minuto hasta 135°C.
- 40 A 135°C, se lleva a cabo la tinción durante 60 minutos. Entonces se enfría el baño hasta 40°C, y se lava el material textil de poliéster teñido con agua y se limpia de manera reductora a desde 70 hasta 80°C, durante 20 minutos, en un baño que contiene 5 ml/l de disolución de hidróxido de sodio al 30%, 2 g/l de disolución de ditionita de sodio al 85% y 1 g/l de un detergente comercial. Entonces se lava la tinción terminada con agua y se seca.
- 45 Se obtiene una tinción amarilla de fuerte tinción que tiene buenas propiedades de inalterabilidad en todos los aspectos, especialmente propiedades de inalterabilidad a la luz a alta temperatura que son excelentes.

50 Ejemplos de 5 a 41

- Se tiñe un material textil de poliéster con las mezclas de tinción indicadas en las tablas 1 y 2 de la manera descrita en el ejemplo 1. Se indican las cantidades de tinte en % en peso en las tablas 1 y 2, siendo la suma de las cantidades de todos los tintes en cada caso el 100% en peso.
- 55 Se obtienen tinciones amarillas de fuerte tinción que tienen buenas propiedades de inalterabilidad en todos los aspectos, especialmente propiedades de inalterabilidad a la luz a alta temperatura que son excelentes.

Tabla 1:

Ejemplo	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Compuesto de fórmula (101)	25	35	25	25		25		25	25	25
Compuesto de fórmula (102)	25	35		25	33	25		25	25	25
Compuesto de fórmula (103)	25			25	33	25	25	25	25	25
Compuesto de fórmula (107)			25							
Compuesto de fórmula (108)		30								
Compuesto de fórmula (126)			50							
Compuesto de fórmula (127)				25	33		25			
Amarillo disolvente C.I. 163	25						50			
Naranja disperso C.I. 157						25				
Amarillo disperso C.I. 51										
Naranja disperso C.I. 42								25		
Marrón disolvente C.I. 59									25	
Pigmento naranja C.I. 70										25
Amarillo Dianix AM-SLR										
Naranja Dianix AM-SLR										

Ejemplo	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
Compuesto de fórmula (101)	25	25	25	20		10		25		10
Compuesto de fórmula (102)	25	25	25	20	20	10		25		40
Compuesto de fórmula (103)	25	25	25	20	20	10	25	25	25	20
Compuesto de fórmula (107)										10
Compuesto de fórmula (108)							10			
Compuesto de fórmula (126)									25	
Compuesto de fórmula (127)								25		20
Amarillo disolvente C.I. 163				20	30		40		25	
Naranja disperso C.I. 157										
Amarillo disperso C.I. 51			25	20			25			
Naranja disperso C.I. 42					30				25	
Marrón disolvente C.I. 59										
Pigmento naranja C.I. 70										
Amarillo Dianix AM-SLR	25					35				
Naranja Dianix AM-SLR		25				35				

Ejemplo	25	26	27	28	29	30
Compuesto de fórmula (101)						
Compuesto de fórmula (102)						
Compuesto de fórmula (103)	50					
Compuesto de fórmula (107)		50	50	50		
Compuesto de fórmula (108)	50					
Compuesto de fórmula (126)					30	20
Compuesto de fórmula (127)						
Amarillo disolvente C.I. 163		50			30	
Naranja disperso C.I. 157						50
Amarillo disperso C.I. 51			50			
Naranja disperso C.I. 42				50	40	30
Marrón disolvente C.I. 59						
Pigmento naranja C.I. 70						
Amarillo Dianix AM-SLR						35
Naranja Dianix AM-SLR						35

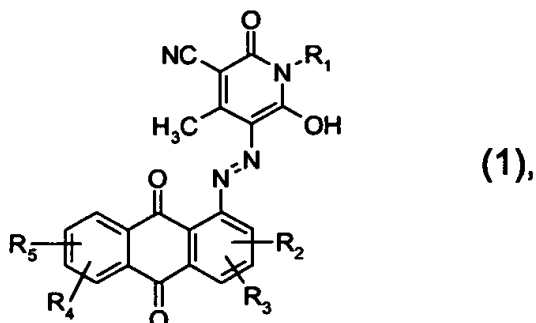
ES 2 368 443 T3

Tabla 2:

Ejemplo	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41
Compuesto de fórmula (101)	15	11	16	24	11	16	11	13	10	19	
Compuesto de fórmula (102)	15	11	16	24	11	16	11	13	10		15
Compuesto de fórmula (103)	15	11	16	24	11	16	11	13	10		
Compuesto de fórmula (115)										19	
Compuesto de fórmula (117)										19	15
Compuesto de fórmula (122)											15
C.I. S YE 163	55		22	22				50			35
C.I. DS YE 65			6	6		6					
C.I. DS YE 114							11				
C.I. DS OR 157		25	24			46		11		16	
C.I. DS YE 42		42					56		70	27	
C.I. DS YE 64					57						
C.I. DS YE 51					10						20

REIVINDICACIONES

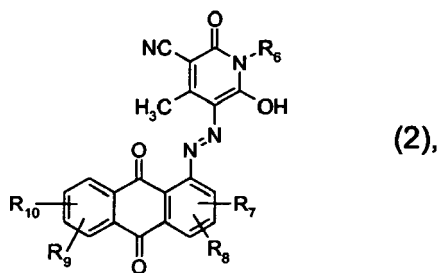
1. Mezcla de tinción que comprende
 (A) desde el 20 hasta el 80% en peso de uno o más compuestos de fórmula (1)



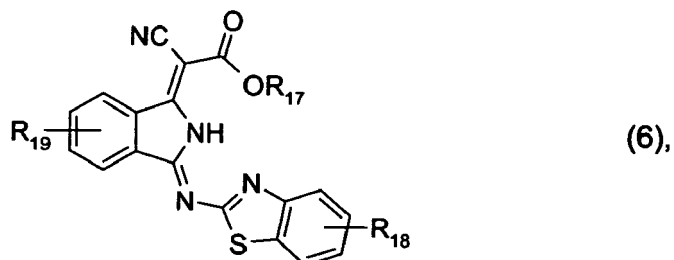
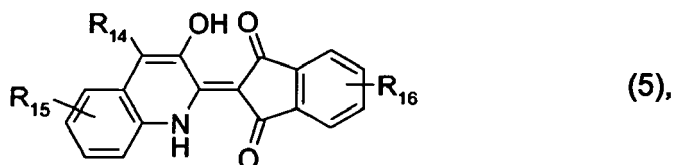
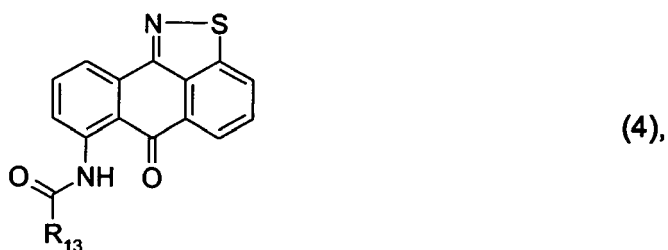
5

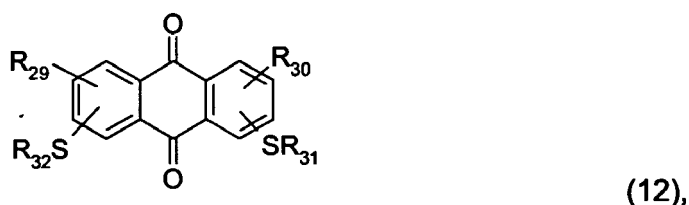
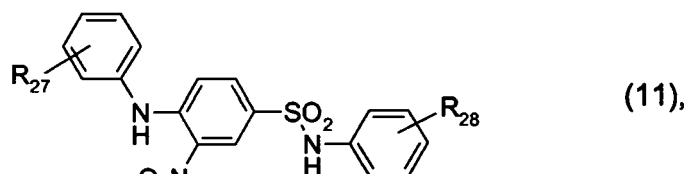
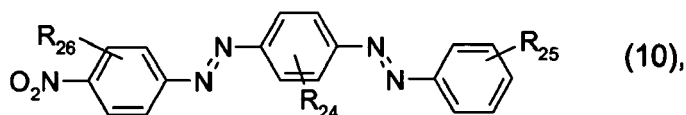
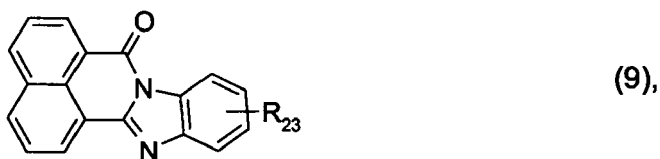
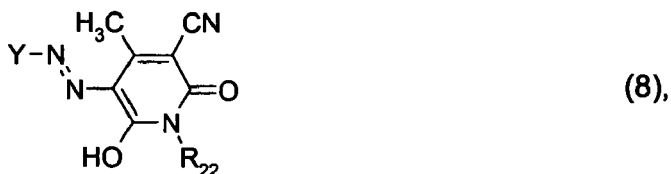
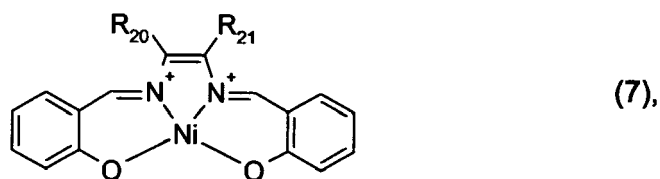
en la que R₁ es alquilo C₁-C₁₂, o alquilo C₂-C₁₂ interrumpido por uno o más átomos de oxígeno y/o grupos -COO- y R₂, R₃, R₄ y R₅, cada uno independientemente de los otros, son hidrógeno, alquilo C₁-C₁₂, cloro, bromo, hidroxilo o amino y

- (B) desde el 20 hasta el 80% en peso de al menos un compuesto de fórmulas (2) - (12)



10





en las que R₆ es alquilo C₁-C₁₂, o alquilo C₂-C₁₂ interrumpido por uno o más átomos de oxígeno y/o grupos -COO- y R₇, R₈, R₉ y R₁₀, cada uno independientemente de los otros, son hidrógeno, alquilo C₁-C₁₂, cloro, bromo, hidroxilo o amino,

con la condición de que el radical R₆ en la fórmula (2) es diferente del radical R₁ en la fórmula (1), X es el radical de un componente de acoplamiento de la serie de benceno, indeno o carbazol,

R₁₁ y R₁₂, cada uno independientemente del otro, son Cl, Br, CF₃ o CN,

R₁₃ es alquilo C₁-C₁₂, arilo C₅-C₂₄ o aralquilo C₆-C₃₀,

R₁₄ es H, Cl, Br o alquilo C₁-C₁₂,

R₁₅ y R₁₆, cada uno independientemente del otro, son H, Cl, Br, alquilo C₁-C₁₂, alcoxilo C₁-C₁₂ o -COOR₃₃, en el que R₃₃ es alquilo C₁-C₁₂ o alcoxi(C₁-C₁₂)-alquilo C₁-C₁₂,

R₁₇ es alquilo C₁-C₁₂ o alcoxi(C₁-C₁₂)-alquilo C₁-C₁₂,

R₁₈ y R₁₉, cada uno independientemente del otro, son H, Cl, Br, alquilo C₁-C₁₂, alcoxilo C₁-C₁₂ o -COOR₃₃, en el que R₃₃ es tal como se definió anteriormente en el presente documento,

R₂₀ y R₂₁ son H, Cl, Br, CF₃ o CN o R₂₀ y R₂₁ juntos forman un anillo cicloalifático o aromático de seis miembros,

Y es el radical de un componente diazo de la serie de óxido de benceno, naftaleno, difenilo, azobenceno, tiofeno, benzotiazol, bencisotiazol, tiadiazol, indazol, benzotriazol, pirazol, cromona, ftalimida o difenileno,

R₂₂ es H, alquilo C₁-C₁₂ o alcoxi(C₁-C₁₂)-alquilo C₁-C₁₂,

R₂₃ es H, Cl, Br, alquilo C₁-C₁₂, alcoxilo C₁-C₁₂ o -COOR₃₃, en el que R₃₃ es tal como se definió anteriormente en el presente documento,

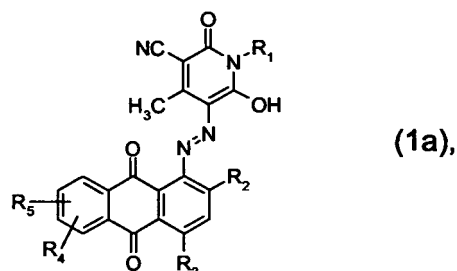
R₂₄, R₂₅ y R₂₆, cada uno independientemente del otro, son H, Cl, Br, OH, alquilo C₁-C₁₂, alcoxilo C₁-C₁₂ o -COOR₃₃, en el que R₃₃ es tal como se definió anteriormente en el presente documento,

R₂₇ y R₂₈, cada uno independientemente del otro, son H, Cl, Br o alquilo C₁-C₁₂,

R₂₉ y R₃₀, cada uno independientemente del otro, son H, Cl, Br, OH, alquilo C₁-C₁₂, alcoxilo C₁-C₁₂ o -COOR₃₃, en el que R₃₃ es tal como se definió anteriormente en el presente documento, y R₃₁ y R₃₂ son alquilo C₁-C₁₂, arilo C₅-C₂₄ o aralquilo C₆-C₃₀, siendo la suma de los componentes (A) + (B) el 100% en peso.

5

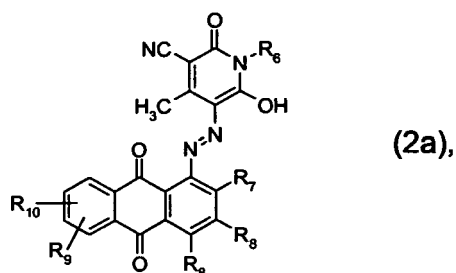
2. Mezcla de tinción según la reivindicación 1, que comprende, como componente (A), un compuesto de fórmula (1a)



10

en la que R₂ y R₃ son idénticos y son cada uno hidrógeno, cloro o bromo y R₁, R₄ y R₅ son tal como se definieron en la reivindicación 1.

3. Mezcla de tinción según o bien la reivindicación 1 o bien la reivindicación 2, que comprende, como componente (B), un compuesto de fórmula (2a)



15

en la que R₇ y R₈ son idénticos y son cada uno hidrógeno, cloro o bromo y R₆, R₉ y R₁₀ son tal como se definieron en la reivindicación 1.

20

4. Mezcla de tinción según la reivindicación 1, que comprende, como componente (A), un compuesto de fórmula (1) en la que R₄ y R₅ son hidrógeno o cloro.

25

5. Mezcla de tinción según la reivindicación 1, que comprende, como componente (B), un compuesto de fórmula (2) en la que R₉ y R₁₀ son hidrógeno o cloro.

30

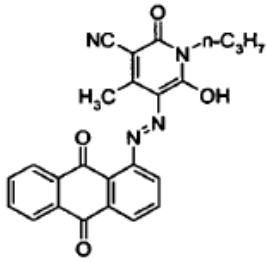
6. Mezcla de tinción según la reivindicación 1, que comprende, como componente (A), un compuesto de fórmula (1) en la que R₁ es etilo, n-propilo, n-butilo, isobutilo, n-hexilo, 2-etilhexilo o 3-isopropoxipropilo y R₂, R₃, R₄ y R₅ son tal como se definieron en la reivindicación 1.

35

7. Mezcla de tinción según la reivindicación 1, que comprende, como componente (B), un compuesto de fórmula (2), en la que R₆ es etilo, n-propilo, n-butilo, isobutilo, n-hexilo, 2-etilhexilo o 3-isopropoxipropilo y R₇, R₈, R₉ y R₁₀ son tal como se definieron en la reivindicación 1.

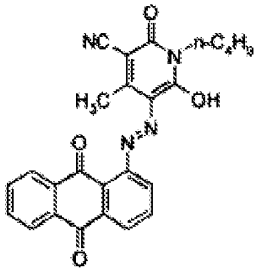
8. Mezcla de tinción según la reivindicación 1, que comprende, como componente (B), dos o tres tintes diferentes de fórmula (2).

9. Mezcla de tinción según la reivindicación 1, que comprende, como componente (A), el compuesto de fórmula (101)

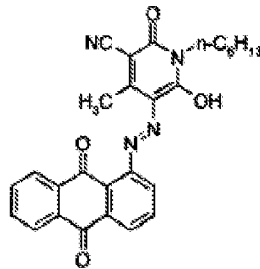


(101).

10. Mezcla de tinción según la reivindicación 1, que comprende, como componente (B), el compuesto de fórmula (102) y/o el compuesto de fórmula (103)



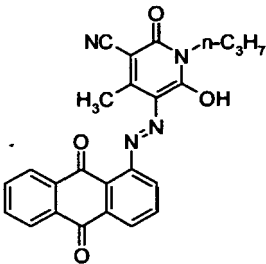
(102).



(103).

5

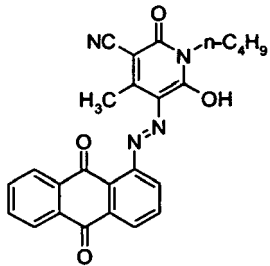
11. Mezcla de tinción según la reivindicación 1, que comprende desde el 20 hasta el 80% en peso del compuesto de fórmula (101)



(101),

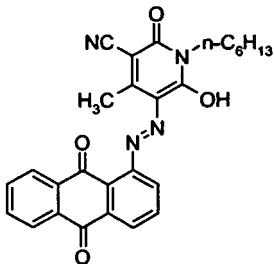
10

desde el 10 hasta el 60% en peso del compuesto de fórmula (102)



(102),

y desde el 10 hasta el 60% en peso del compuesto de fórmula (103)



(103),

15

siendo la suma de los compuestos de fórmula (101), (102) y (103) siempre el 100% en peso.

12. Mezcla de tinción según la reivindicación 1, que comprende, como componente (B), al menos un tinte disperso de fórmula (2) y al menos un tinte disperso de fórmulas (3) a (12).

13. Uso de una mezcla de tinción según la reivindicación 1, en la tinción o impresión de un material de fibras hidrófobo sintético o semisintético.

5

14. Material de fibras hidrófobo sintético o semisintético teñido o impreso que usa una mezcla de tinción según la reivindicación 1.