

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 383 577**

51 Int. Cl.:
C09B 35/031 (2006.01)
C09D 11/00 (2006.01)
D06P 3/14 (2006.01)
D06P 3/24 (2006.01)
C09B 29/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **09160247 .4**
96 Fecha de presentación: **14.05.2009**
97 Número de publicación de la solicitud: **2251387**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **17.11.2010**

54 Título: **Compuestos orgánicos**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
22.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
22.06.2012

73 Titular/es:
Clariant International Ltd.
Rothausstrasse 61
4132 Muttenz, CH

72 Inventor/es:
Nusser, Rainer;
Geiger, Ulrich y
Hasemann, Ludwig

74 Agente/Representante:
Lehmann Novo, Isabel

ES 2 383 577 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).

DESCRIPCIÓN

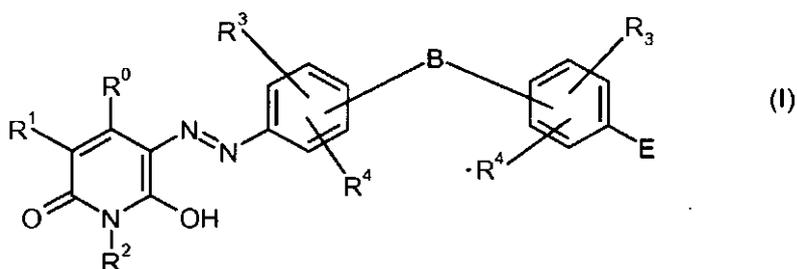
Compuestos orgánicos

La invención se refiere a nuevos colorantes ácidos, a un procedimiento para su preparación, y a su uso para teñir sustratos orgánicos.

5 Los colorantes ácidos son conocidos. Sin embargo, todavía existe la necesidad de colorantes ácidos con propiedades mejoradas.

Los documentos GB1272043, EP0185620, GB1458295 y WO92/14791 describen colorantes monoazoicos relevantes.

La invención se refiere a compuestos de fórmula general (I)



10

E significa NH_2 u OH,

R^0 significa un grupo alquilo de C_1 a C_4 sustituido o un grupo alquilo de C_1 a C_4 no sustituido,

R^1 significa H, un grupo alquilo de C_1 a C_4 sustituido o un grupo alquilo de C_1 a C_4 no sustituido, un grupo sulfo, $-\text{CO}-\text{NH}_2$, $-\text{CO}-\text{NH}-(\text{alquilo de } \text{C}_1 \text{ a } \text{C}_4)$ o CN,

15 R^2 significa H, un grupo alquilo de C_1 a C_4 sustituido o un grupo alquilo de C_1 a C_4 no sustituido,

R^3 significa H, un grupo sulfo, un grupo alquilo de C_1 a C_4 sustituido o un grupo alquilo de C_1 a C_4 no sustituido, un grupo alcoxi de C_1 a C_4 sustituido o un grupo alcoxi de C_1 a C_4 no sustituido,

R^4 significa H, un grupo alquilo de C_1 a C_4 sustituido o un grupo alquilo de C_1 a C_4 no sustituido, un grupo alcoxi de C_1 a C_4 sustituido o un grupo alcoxi de C_1 a C_4 no sustituido,

20 B un grupo con la fórmula $-\text{SO}_2-$, $-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-$, $-\text{CR}^5\text{R}^6-$, en la que

R^5 significa H, un grupo alquilo de C_1 a C_9 sustituido o un grupo alquilo de C_1 a C_9 no sustituido,

R^6 significa H, un grupo alquilo de C_1 a C_9 sustituido o un grupo alquilo de C_1 a C_9 no sustituido, un grupo arilo no sustituido o un grupo arilo sustituido, o R^5 y R^6 forman juntos un anillo cicloalifático de cinco o seis miembros, en el que los anillos de cinco o seis miembros están sustituidos con un grupo alquilo de C_1 a C_4 , o los anillos de cinco o seis miembros no están sustituidos adicionalmente.

25

Preferiblemente, la suma de átomos de carbono de R^5 y R^6 juntos es al menos 4 átomos de carbono; más preferido, R^5 y R^6 tienen juntos al menos 5 átomos de carbono. Incluso más preferido, la suma de átomos de carbono de R^5 y R^6 juntos es 5 ó 6 ó 7 u 8 ó 9 átomos de carbono.

30 Los compuestos preferidos de fórmula (I) poseen al menos un sustituyente aniónico, preferiblemente 1 ó 2 ó 3 sustituyentes aniónicos, de los cuales son particularmente muy preferidos 2 sustituyentes aniónicos.

El al menos un sustituyente aniónico en los compuestos de fórmula (I) está situado preferentemente en uno de los sustituyentes R^1 y/o R^3 , más preferiblemente, el al menos un sustituyente aniónico está situado en uno de los sustituyentes R^2 . Situado preferentemente en uno de los sustituyentes también puede significar que este sustituyente es el grupo aniónico.

35 Los sustituyentes aniónicos preferidos son grupos carboxilo y/o sulfo, y se prefieren particularmente grupos sulfo.

Los sustituyentes preferidos de los grupos alquilo de C_1 a C_4 sustituidos se seleccionan de los siguientes sustituyentes $-\text{OH}$, $-\text{O}(\text{alquilo de } \text{C}_1 \text{ a } \text{C}_4)$, $-\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{COOH}$, $-\text{NH}(\text{alquilo de } \text{C}_1 \text{ a } \text{C}_4)$. Los sustituyentes más preferidos de los grupos alquilo de C_1 a C_4 sustituidos se seleccionan de los siguientes sustituyentes $-\text{OH}$, $-\text{O}(\text{alquilo de } \text{C}_1 \text{ a } \text{C}_4)$, $-\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{COOH}$, $-\text{NH}(\text{alquilo de } \text{C}_1 \text{ a } \text{C}_4)$. Los grupos alquilo son ramificados o lineales. Los grupos alquilo más

preferidos son metilo, etilo, propilo, iso-propilo, butilo, iso-butilo (2-metilpropilo), pentilo, iso-pentilo (3-metilbutilo), hexilo, heptilo, octilo, o nonilo.

5 Los sustituyentes preferidos de los grupos alcoxi de C₁ a C₄ sustituidos se seleccionan de los siguientes sustituyentes -OH, -O(alquilo de C₁ a C₄), -SO₃H, -COOH, -NH(alquilo de C₁ a C₄). Los grupos alcoxi son ramificados o lineales.

Los sustituyentes preferidos de los grupos arilo sustituidos se seleccionan de los siguientes sustituyentes -OH, -O(alquilo de C₁ a C₄), -SO₃H, los grupos alquilo de C₁ a C₄ sustituidos, los grupos alquilo no sustituidos, un grupo alcoxi de C₁ a C₄ sustituido y un grupo alcoxi de C₁ a C₄ no sustituido.

En una realización preferida, E significa -NH₂.

10 En compuestos preferidos de la fórmula general (I)

E significa NH₂ o OH,

R⁰ significa un grupo alquilo de C₁ a C₂ no sustituido,

R¹ significa un grupo alquilo de C₁ a C₂ sustituido o un grupo alquilo de C₁ a C₂ no sustituido, un grupo sulfo, -CO-NH₂-, -CO-NH-(alquilo de C₁ a C₂) o CN,

15 R² significa un grupo alquilo de C₁ a C₃ sustituido o un grupo alquilo de C₁ a C₃ no sustituido,

R³ significa H, un grupo sulfo, un grupo alquilo de C₁ a C₂ no sustituido, un grupo alcoxi de C₁ a C₂ no sustituido,

R⁴ significa H, un grupo alquilo de C₁ a C₂ no sustituido, un grupo alcoxi de C₁ a C₂ no sustituido,

B un grupo con la fórmula -SO₂-, -CR⁵R⁶-, en la que

20 R⁵ significa H, un grupo alquilo de C₁ a C₉ sustituido o un grupo alquilo de C₁ a C₉ no sustituido,

R⁶ significa a un grupo alquilo de C₁ a C₉ sustituido o un grupo alquilo de C₁ a C₉ no sustituido, un grupo arilo no sustituido o un grupo arilo sustituido, o R⁵ y R⁶ forman juntos un anillo cicloalifático de cinco o seis miembros, en el que los anillos de cinco o seis miembros están sustituidos con un grupo alquilo de C₁ a C₄ o los anillos de cinco o seis miembros no están sustituidos adicionalmente.

25 En compuestos más preferidos aún de la fórmula general (I)

E significa NH₂ o OH,

R⁰ significa un grupo metilo,

R¹ significa -CH₂-SO₃H, -CONH₂ o -CN,

R² significa un grupo etilo, -CH₂-CH₂-CH₂-NH-CH₃, -CH₂-CH₂-COOH, o -CH₂-CH₂-CH₂-O-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃

30 R³ significa H, metilo, metoxi o un grupo sulfo

R⁴ significa H, metilo o un grupo metoxi

B un grupo de fórmula -SO₂- o -CR⁵R⁶-, en la que

R⁵ significa H, metilo o un grupo etilo,

35 R⁶ significa un grupo alquilo de C₁ a C₄ no sustituido, un grupo arilo no sustituido o un grupo arilo sustituido, o R⁵ y R⁶ forman juntos un anillo cicloalifático de seis miembros, en el que los anillos de seis miembros no están sustituidos adicionalmente.

En los compuestos más preferidos de la fórmula general (I)

E significa NH₂ o OH,

R⁰ significa un grupo metilo,

40 R¹ significa -CH₂-SO₃H, -CONH₂ o -CN, preferiblemente un grupo -CH₂-SO₃H,

R significa un grupo etilo, -CH₂-CH₂-CH₂-NH-CH₃, -CH₂-CH₂-COOH, o -CH₂-CH₂-CH₂-O-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃, preferiblemente un grupo etilo,

R³ significa H, metilo, metoxi o un grupo sulfo, preferiblemente H, metilo,

R⁴ significa H, metilo o un grupo metoxi, preferiblemente H,

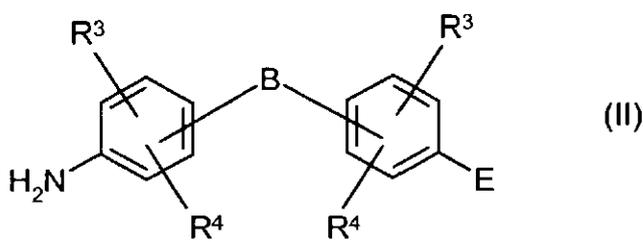
B un grupo con la fórmula -SO₂- o -CR⁵R⁶-, en la que

R⁵ significa H,

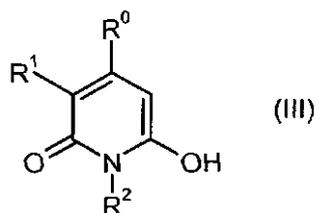
5 R⁶ significa un grupo arilo no sustituido o un grupo arilo sustituido, preferiblemente un grupo arilo no sustituido, en el que el grupo arilo es un grupo fenilo.

La invención también proporciona un procedimiento para preparar compuestos de la fórmula (I). Los compuestos de la fórmula (I) de la presente invención se pueden preparar en condiciones convencionales en procedimientos convencionales.

10 En estos procedimientos, ambas funciones amina de los compuestos de la fórmula (II)



que son bien conocidos de la bibliografía, se diazotan convencionalmente y se acoplan a totalmente un equivalente de un compuesto de la fórmula (III)



15 en la que los sustituyentes son cada uno como se definen anteriormente.

En estos procedimientos, el compuesto particular de fórmula (II) se enfría hasta 0-10°C, o preferiblemente hasta 0-5°C, y se diazota añadiendo ácido nitrosilsulfúrico o nitrito de sodio. Después, la diamina diazotada o bisdiazotada se deja reaccionar con el compuesto (III), preferiblemente en disolución acuosa.

20 Los colorantes de la fórmula (I) se pueden aislar del medio de reacción mediante procedimientos convencionales, por ejemplo precipitándolos con una sal de metal alcalino, filtrándolos y secándolos, si es apropiado a presión reducida y a temperatura elevada.

25 Dependiendo de las condiciones de reacción y/o de aislamiento, los colorantes de la fórmula (I) se pueden obtener como ácido libre, como sal, o como una sal mixta que contiene, por ejemplo, uno o más cationes seleccionados de iones de metales alcalinos, por ejemplo el ión sodio, o un ión amonio, o un catión alquilamonio, por ejemplo cationes mono-, di- o trimetil- o -etilamonio. El colorante se puede convertir mediante técnicas convencionales a partir del ácido libre en una sal o en una sal mixta, o viceversa, o a partir de una forma salina en otra. Si se desea, los colorantes se pueden purificar adicionalmente mediante diafiltración, en cuyo caso se separan sales indeseadas y subproductos de síntesis a partir del colorante aniónico bruto.

30 La eliminación de sales indeseadas y subproductos de síntesis, y la eliminación parcial de agua, de la disolución de colorante bruto se lleva a cabo por medio de una membrana semipermeable aplicando una presión, con lo que se obtiene el colorante sin las sales indeseadas y sin los productos de síntesis como una disolución, y si es necesario como un cuerpo sólido, de manera convencional.

35 Los colorantes de la fórmula (I) y sus sales son particularmente adecuados para teñir o imprimir material fibroso que consiste en poliamidas naturales o sintéticas en tonos amarillos a amarillo verdosos. Los colorantes de la fórmula (I) y sus sales son adecuados para producir tintas de impresión de chorro de tinta, y para usar estas tintas de impresión de chorro de tinta para imprimir material fibroso que consiste en poliamidas naturales o sintéticas o celulosa (por ejemplo papel).

En consecuencia, la invención proporciona en otro aspecto el uso de los colorantes de la fórmula (I), sus sales y mezclas para teñir y/o imprimir materiales fibrosos que consisten en poliamidas naturales o sintéticas. Un aspecto adicional es la producción de tintas de impresión de chorro de tinta, y su uso para imprimir materiales fibrosos que consisten en poliamidas naturales o sintéticas.

5 La tinción se lleva a cabo según procedimientos conocidos; véanse, por ejemplo, los procedimientos de tinción descritos en Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, 4ª Edición, 1982, Volumen 22, páginas 658-673, o en el libro de M. Peter y H.K. Rouette, Grundlagen der Textilveredlung, 13ª Edición, 1989, páginas 535-556 y 566-574. Se da preferencia a la tinción en el procedimiento discontinuo a una temperatura de 30 a 140°C, más preferiblemente 80 a 120°C, y lo más preferible a una temperatura de 80 a 100°C, y a una relación de licor en el
10 intervalo de 3:1 a 40:1.

El sustrato a teñir puede estar presente, por ejemplo, en forma de hilo, tejido tejido, tejido tricotado en forma de bucle, o alfombra. Son incluso posibles de manera permanente teñidos de fantasía total sobre sustratos delicados, siendo los ejemplos lana de oveja, cachemira, alpaca y mohair. Los colorantes de la invención son particularmente útiles para teñir fibras de denier fino (microfibras).

15 Los colorantes según la presente invención y sus sales son muy compatibles con colorantes ácidos conocidos. En consecuencia, los colorantes de la fórmula (I), sus sales o mezclas se pueden usar solos en un procedimiento de tinción o impresión, o también como un componente en una composición de tinción o impresión de tonalidades combinadas junto con otros colorantes ácidos de la misma clase, es decir, con colorantes ácidos que poseen propiedades de tinción comparables, tales como, por ejemplo, propiedades de solidez y tasas de agotamiento desde
20 el baño colorante sobre el sustrato. Los colorantes de la presente invención se pueden usar en particular junto con otros determinados colorantes que tienen cromóforos adecuados. La relación en la cual los colorantes están presentes en una composición de tinción o impresión de tonalidades combinadas viene establecida por el color a obtener.

25 Las nuevas composiciones de la fórmula (I), como se señala anteriormente, son muy útiles para teñir poliamidas naturales y sintéticas, es decir, lana, seda y todos los tipos de nylon, sobre cada una de las cuales se obtienen teñidos que tienen un alto nivel de solidez, especialmente buena solidez a la luz y buena solidez en húmedo (lavado, sudoración alcalina). Los colorantes de la fórmula (I) y sus sales tienen una elevada tasa de agotamiento. Igualmente, la capacidad de los colorantes de la fórmula (I) y sus sales para acumularse es buena. Los teñidos de una sola tonalidad sobre los sustratos identificados son de una calidad sobresaliente. Además, todos los teñidos
30 tienen un color constante bajo luz artificial. Adicionalmente, la solidez al lustre y a la ebullición es buena.

Una ventaja decisiva de los nuevos colorantes es que están libres de metales, y proporcionan niveles de tinción elevados.

35 Los compuestos según la invención se pueden usar como un colorante individual o también, debido a su buena compatibilidad, como un elemento de combinación con otros colorantes de la misma clase que tienen propiedades de tinción comparables, por ejemplo con respecto a las solideces en general, valor de agotamiento, etc. Las tinciones de tonalidad combinada obtenidas tienen solideces similares a las de las tinciones con el colorante individual.

40 Los colorantes de la fórmula (I) de la invención también se pueden usar como componentes amarillos en la tinción o impresión tricromática. La tinción o impresión tricromática puede utilizar todos los procedimientos de tinción e impresión habituales y conocidos, tales como, por ejemplo, el procedimiento continuo, el procedimiento discontinuo, el procedimiento de tinción en espuma y el procedimiento de chorro de tinta.

45 La composición de los componentes colorantes individuales en la mezcla colorante tricromática usada en el procedimiento de la invención depende del color deseado. Un color marrón, por ejemplo, utiliza preferiblemente 20-40% en peso de un componente amarillo, 40-60% en peso de un componente naranja o rojo de la invención y 10-20% en peso de un componente azul.

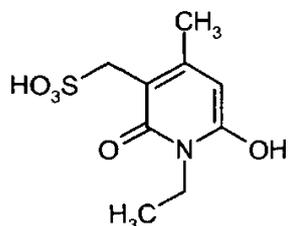
El componente amarillo, como se describe anteriormente, puede consistir en un único componente o en una mezcla de diferentes componentes individuales naranjas conforme a la fórmula (I). Se da preferencia a combinaciones dobles o triples.

50 En los documentos WO2002/46318 o WO99/51681, respectivamente, se describen componentes rojos y/o azules particularmente preferidos.

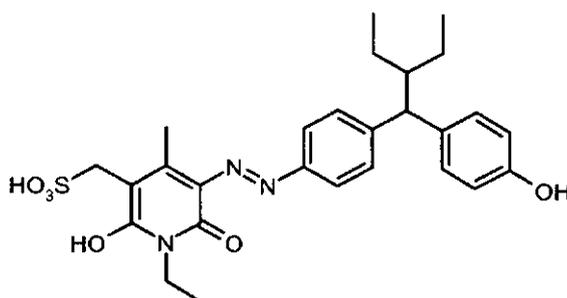
Los siguientes ejemplos sirven adicionalmente para ilustrar la invención. En los Ejemplos, todas las partes y todos los porcentajes están en peso o volumen, y las temperaturas se dan en grados Celsius, excepto que se indique lo contrario.

Ejemplo 1:

Se tetrazotaron 26,8 partes (0,1 moles) de 1,1-bis-(4-aminofenil)-2-etil-butano, según métodos conocidos, con 13,8 partes (0,2 moles) de nitrito de sodio a 0-5°C en 200 partes de agua y 60 partes de ácido clorhídrico (aprox. 30%). Se añadieron 24,7 partes (0,1 moles) de un compuesto de la fórmula



- 5 disuelto en 250 partes de agua, a lo largo de 30 minutos, a la disolución tetrazotada enfriada en hielo. Mediante la adición de disolución al 30% de NaOH, el pH se llevó a 3-4,5, produciendo un material colorante de fórmula



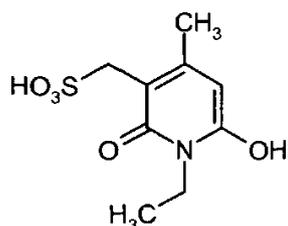
y el material colorante está en disolución. $\lambda_{\text{max}} = 447 \text{ nm}$.

- 10 El material colorante se puede aislar mediante concentración a vacío o mediante precipitación en acetona/alcohol. La mezcla de reacción se puede usar sin embargo directamente para la tinción, sin aislar el producto. El material colorante tiene sorprendentemente una solubilidad muy alta en agua, y da tinciones amarillas que tienen propiedades de solidez muy buenas.

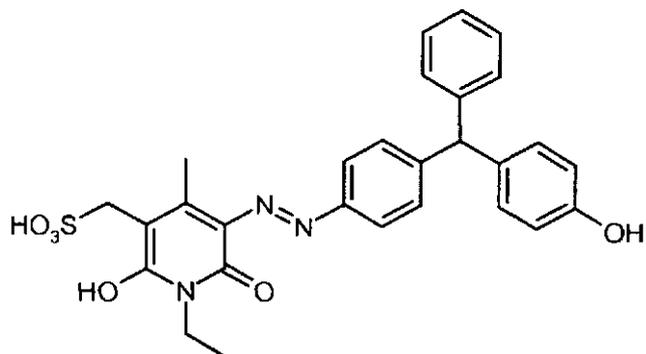
Ejemplo 2:

- 15 Se tetrazotaron 27,4 partes (0,1 moles) de bis-(4-aminofenil)-fenilmetano, según métodos conocidos, con 13,8 partes (0,2 moles) de nitrito de sodio a 0-5°C en 200 partes de agua y 60 partes de ácido clorhídrico (aprox. 30%).

Se añadieron 24,7 partes (0,1 moles) de un compuesto de la fórmula



disuelto en 250 partes de agua, a lo largo de 30 minutos, a la disolución tetrazotada enfriada en hielo. Mediante la adición de disolución al 30% de NaOH, el pH se llevó a 3-4,5, produciendo un material colorante de fórmula



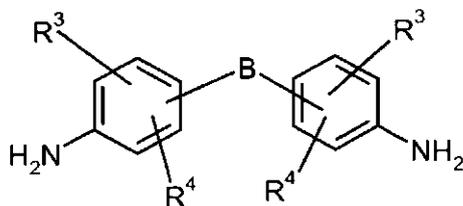
y el material colorante está en disolución. $\lambda_{\text{max}} = 459 \text{ nm}$.

El material colorante se puede aislar mediante concentración a vacío o mediante precipitación en acetona/alcohol.

- 5 La mezcla de reacción se puede usar sin embargo directamente para la tinción, sin aislar el producto. El material colorante tiene una solubilidad muy alta en agua, y da tinciones amarillas con propiedades de solidez sorprendentemente muy buenas.

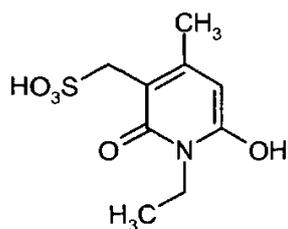
Ejemplos 3-20

Los siguientes compuestos mostrados en la tabla 1 se sintetizaron según el ejemplo 1 ó 2 usando la diamina

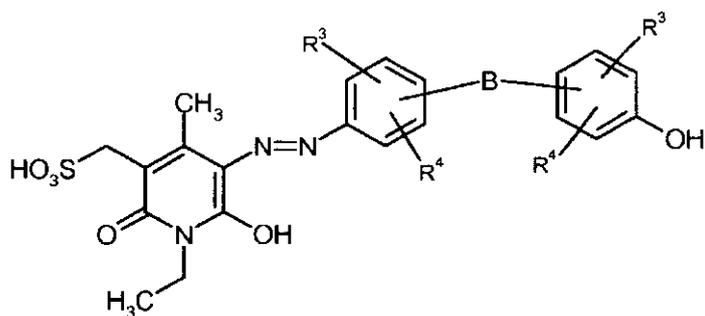


10

como componente diazoico, y se hizo reaccionar con un componente de acoplamiento

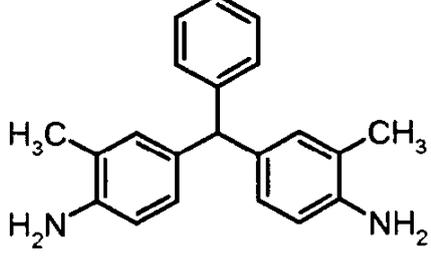
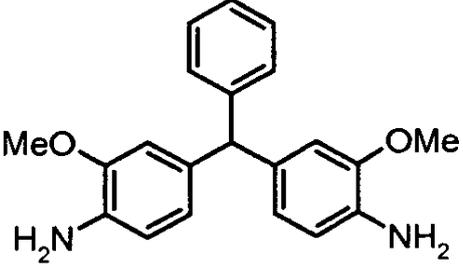
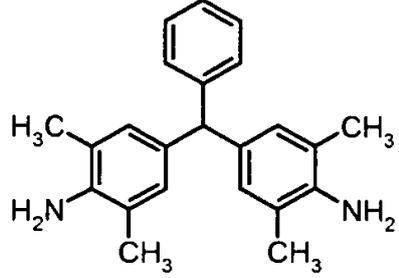
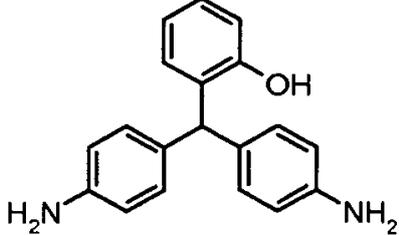
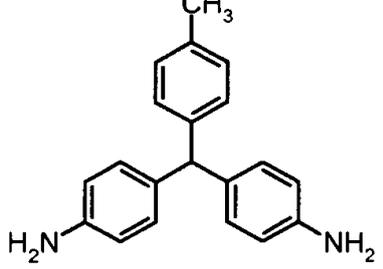
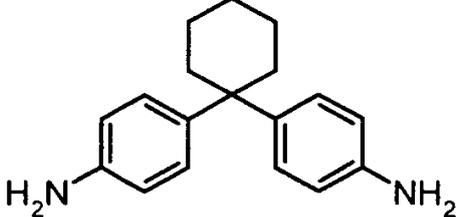


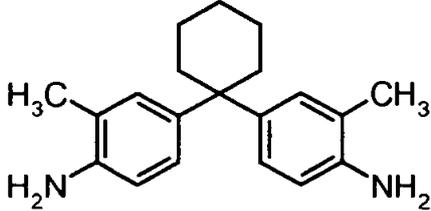
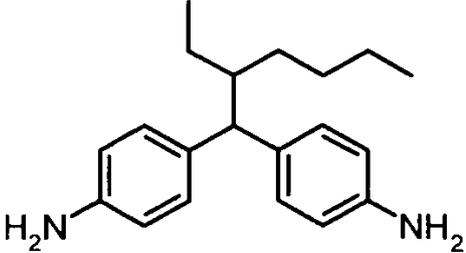
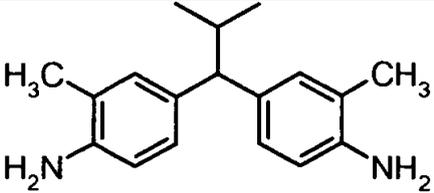
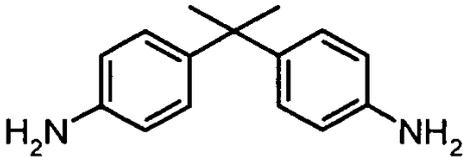
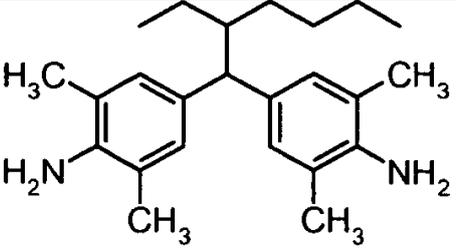
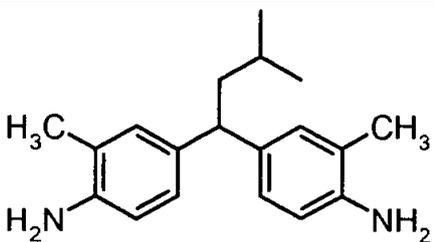
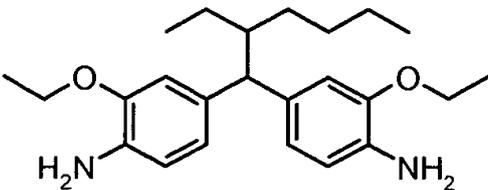
en el que se obtuvo un compuesto de la siguiente fórmula:

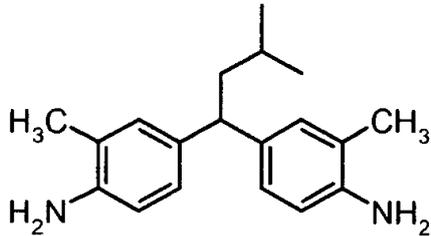
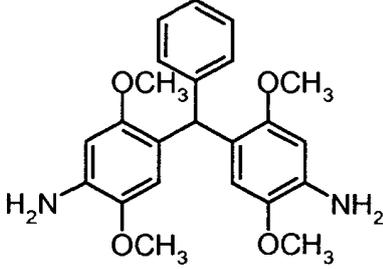
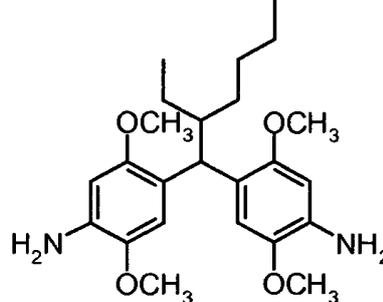
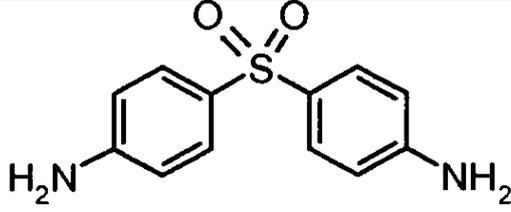
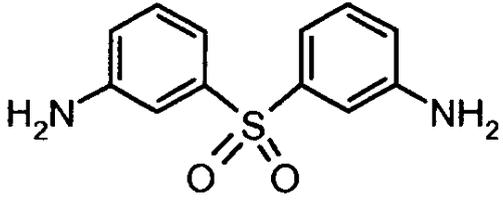


- 15 λ_{max} (lambda max) se indica en nm (nanómetros; medida en disolución de ácido acético al 1%).

Tabla 1:

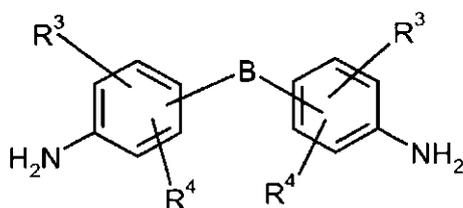
Ejemplo	Diamina	λ_{\max} [nm]
3	 <chem>Cc1ccc(N)cc1C(c2ccccc2)c3ccc(N)c(C)c3</chem>	448
4	 <chem>COC1=CC=C(N)C=C1C(c2ccccc2)c3ccc(N)c(OC)c3</chem>	449
5	 <chem>Cc1c(N)cc(C)c1C(c2ccccc2)c3c(N)cc(C)c3</chem>	445
6	 <chem>Nc1ccc(cc1)C(c2cc(O)cc2)c3ccc(N)cc3</chem>	459
7	 <chem>Cc1ccccc1C(c2ccc(N)cc2)c3ccc(N)cc3</chem>	457
8	 <chem>Nc1ccc(cc1)C2(CCC2)c3ccc(N)cc3</chem>	457

Ejemplo	Diamina	λ_{\max} [nm]
9		448
10		454
11		456
12		458
13		453
14		459
15		457

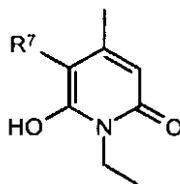
Ejemplo	Diamina	λ_{\max} [nm]
16		446
17		445
18		449
19		449
20		452

Ejemplos 21-26:

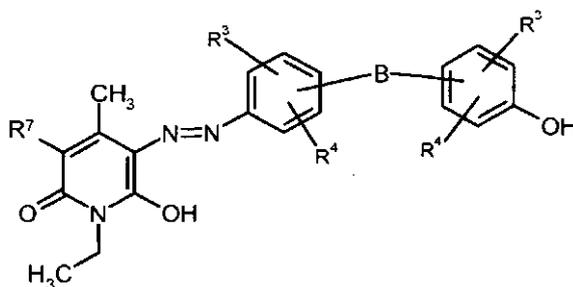
Los siguientes compuestos mostrados en la tabla 2 se sintetizaron según los ejemplos 1 ó 2 usando la diamina



como componente diazoico, y se hizo reaccionar con un componente de acoplamiento



en el que se obtuvo un compuesto de la siguiente fórmula:



- 5 λ_{\max} (lambda max) se indica en nm (nanómetros; medida en disolución de ácido acético al 1%).

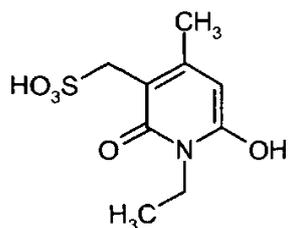
Tabla 2:

Ejemplo	R'	Diamina	λ_{\max} [nm]
21	-CN		458
22	Dto.		453
23	-CONH ₂	Dto.	459
24	Dto.		457
25	-SO ₃ H	Dto.	457
26	Dto.		449

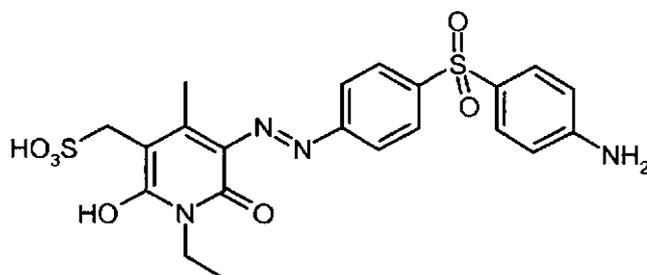
Ejemplo 27:

10 Se diazotaron 27,4 partes (0,1 moles) de 4,4'-diamino-difenilsulfona, según métodos conocidos, con 6,9 partes (0,1 moles) de nitrito de sodio a 0-5°C en 200 partes de agua y 60 partes de ácido clorhídrico (aprox. 30%).

Se añadieron 24,7 partes (0,1 moles) de un compuesto de la fórmula



disuelto en 250 partes de agua, a lo largo de 30 minutos, a la disolución tetrazotada enfiada en hielo. Mediante la adición de disolución al 30% de NaOH, el pH se llevó a 3-4,5, produciendo un material colorante de fórmula



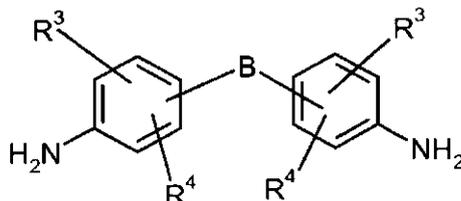
5 y el material colorante está en disolución. λ max = 462 nm.

El material colorante se puede aislar mediante concentración a vacío o mediante precipitación en acetona/alcohol.

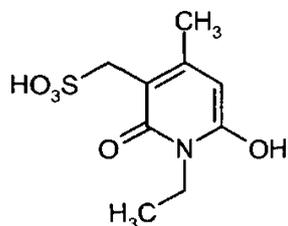
La mezcla de reacción se puede usar sin embargo directamente para la tinción, sin aislar el producto. El material colorante tiene una solubilidad muy alta en agua, y da tinciones amarillas con propiedades de solidez sorprendentemente muy buenas.

10 **Ejemplos 28-32:**

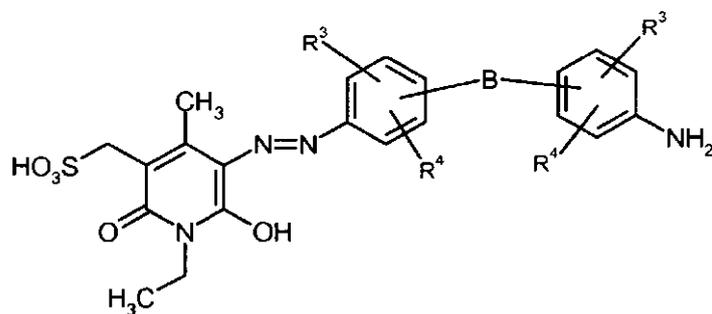
Los siguientes compuestos mostrados en la tabla 1 se sintetizaron según el ejemplo 27 usando la diamina



como componente diazoico, y se hizo reaccionar con un componente de acoplamiento



15 en el que se obtuvo un compuesto de la siguiente fórmula:



λ_{\max} (lambda max) se indica en nm (nanómetros; medida en disolución de ácido acético al 1%).

Tabla 3:

Ejemplo	Diamina	λ_{\max} [nm]
28		456
29		447
30		441
31		450
32		447

EJEMPLO A DE USO

Un baño colorante a 40°C, que consiste en 2000 partes de agua, 1 parte de un agente igualador débilmente activo para cationes, que se basa en una aminopropilamida de ácido graso etoxilada y que tiene afinidad por el colorante, 0,25 partes del colorante del Ejemplo de Preparación 1, y ajustado a pH 5 con 1-2 partes de ácido acético al 40%, se cargó con 100 partes de tejido de nylon-6. Después de 10 minutos a 40°C, el baño colorante se calentó a 98°C a una velocidad de 1°C por minuto, y después se dejó en ebullición durante 45-60 minutos. A continuación se enfrió hasta 70°C durante 15 minutos. La tinción se retiró del baño, se aclaró con agua caliente y después con agua fría, y se secó. El resultado obtenido es una tinción de poliamida amarilla que posee buenas solidez a la luz y a la humedad.

EJEMPLO B DE USO

Un baño colorante a 40°C, que consiste en 2000 partes de agua, 1 parte de un agente igualador débilmente activo para cationes, que se basa en una aminopropilamida de ácido graso etoxilada y que tiene afinidad por el colorante, 0,3 partes del colorante del Ejemplo de Preparación 1, y ajustado a pH 5,5 con 1-2 partes de ácido acético al 40%, se cargó con 100 partes de tejido de nylon-6,6. Después de 10 minutos a 40°C, el baño colorante se calentó a 120°C a una velocidad de 1,5°C por minuto, y después se dejó a esta temperatura durante 15-25 minutos. A continuación se enfrió hasta 70°C durante 25 minutos. La tinción se retiró del baño colorante, se aclaró con agua caliente y después con agua fría, y se secó. El resultado obtenido es una tinción de poliamida amarilla con buena igualación y que tiene buenas solidez a la luz y a la humedad.

EJEMPLO C DE USO

Un baño colorante a 40°C, que consiste en 4000 partes de agua, 1 parte de un agente igualador débilmente anfótero que se basa en una amida de ácido graso sulfatada y etoxilada y que tiene afinidad por el colorante, 0,4 partes del colorante del Ejemplo de Preparación 1, y ajustado a pH 5 con 1-2 partes de ácido acético al 40%, se cargó con 100 partes de tejido de lana. Después de 10 minutos a 40°C, el baño colorante se calentó a ebullición a una velocidad de 1°C por minuto, y después se dejó en ebullición durante 40-60 minutos. A continuación se enfrió hasta 70°C durante 20 minutos. La tinción se retiró del baño, se aclaró con agua caliente y después con agua fría, y se secó. El resultado obtenido es una tinción de lana amarilla que posee buenas solidez a la luz y a la humedad.

EJEMPLO D DE USO

Se prensó entre rodillos 100 partes de un material tejido de nylon-6 con un licor a 50°C que consiste en

- 40 partes del colorante del Ejemplo de Preparación 1,
- 100 partes de urea,
- 20 partes de un solubilizante no iónico a base de butildiglicol,
- 15-20 partes de ácido acético (para ajustar el pH a 4),
- 10 partes de un agente igualador débilmente activo para cationes, a base de una aminopropilamida de ácido graso etoxilada y que tiene afinidad por el colorante, y
- 810-815 partes de agua (para completar hasta 1000 partes de licor de prensado).

El material así impregnado se enrolla y se deja reposar en una cámara de tratamiento con vapor en condiciones de vapor saturado a 85-98°C durante 3-6 horas, para la fijación. La tinción se aclara entonces con agua caliente y agua fría, y se seca. El resultado obtenido es una tinción de nylon amarilla que tiene una buena igualación en la pieza y buenas solidez a la luz y a la humedad.

EJEMPLO E DE USO

Un material textil laminar de pelo corto compuesto de nylon-6 y que tiene un tejido de base sintética se prensa en rodillos con un licor que contiene por 1000 partes

- 1 parte del colorante del Ejemplo de Preparación 1
- 4 partes de un espesante comercialmente disponible a base de éter de harina de carobo
- 2 partes de un aducto no iónico de un alquilfenol superior con óxido de etileno,
- 1 parte de ácido acético al 60%.

A esto le siguió la impresión con una pasta que, por 1000 partes, contiene los siguientes componentes:

- 20 partes de alquilamina grasa alcoxilada comercialmente disponible (producto de sustitución),

20 partes de un espesante comercialmente disponible a base de éter de harina de carobo.

La impresión se fija durante 6 minutos en vapor saturado a 100°C, se aclara y se seca. El resultado obtenido es un material de cobertura, de color uniforme e igualado, que tiene un patrón amarillo y blanco.

EJEMPLO F DE USO

5 100 partes de un cuero flor rasurado en húmedo, curtido al cromo y recurtido de manera sintética, se tiñen durante 30 minutos en un baño de 300 partes de agua y 2 partes del colorante del Ejemplo de Preparación 1 a 55°C. Después de añadir 4 partes de una emulsión al 60% de un aceite de pescado sulfitado, el cuero se impregna con grasa durante 45 minutos. Luego se acidifica con ácido fórmico al 8,5% y se muele durante 10 minutos (pH final en el baño: 3,5-4,0). El cuero se aclara entonces, se deja secar por goteo y se acaba del modo habitual. El resultado
10 obtenido es un cuero teñido en un color naranja claro igualado, con buenas solideces.

Los Ejemplos A a F de Uso también se pueden llevar a cabo con los colorantes 2 a 32 con resultados similares.

EJEMPLO G DE USO

15 Se disuelven 3 partes del colorante del Ejemplo de Preparación 3 en 82 partes de agua desmineralizada y 15 partes de dietilenglicol a 60°C. El enfriamiento hasta la temperatura ambiente proporciona una tinta de impresión naranja que es muy adecuada para la impresión por chorro de tinta sobre papel o textiles de poliamida y lana.

El Ejemplo G de Uso también se puede llevar a cabo con los colorantes 2 a 26 con resultados similares.

EJEMPLO H DE USO

20 Un baño colorante que consiste en 1000 partes de agua, 80 partes de sal de Glauber calcinada, 1 parte de nitrobenzeno-3-sulfonato de sodio y 1 parte de colorante del Ejemplo 1 se calienta hasta 80°C durante 10 minutos. Después, se añaden 100 partes de algodón mercerizado. A esto le sigue la tinción a 80°C durante 5 minutos y después el calentamiento hasta 95°C durante 15 minutos. Después de 10 minutos a 95°C, se añadieron 3 partes de carbonato de sodio, seguido de 7 partes adicionales de carbonato de sodio después de 20 minutos y otras 10 partes de carbonato de sodio después de 30 minutos a 95°C. La tinción se continuó subsiguientemente a 95°C durante 60
25 minutos. El material teñido se retiró entonces del baño colorante y se aclaró en agua desmineralizada corriente durante 3 minutos. A esto le siguieron dos lavados durante 10 minutos en 5000 partes de agua desmineralizada hirviendo de una vez y el aclarado subsiguiente en agua desmineralizada corriente a 60°C durante 3 minutos y con agua del grifo fría durante un minuto. El secado deja una tinción amarillo brillante del algodón con buenas solideces.

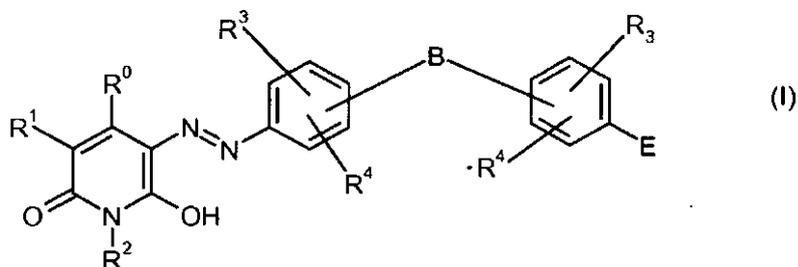
EJEMPLO I DE USO

30 Se disolvieron 0,2 partes del colorante del Ejemplo de Preparación 1 en 100 partes de agua caliente, y la disolución se enfrió hasta la temperatura ambiente. Esta disolución se añadió a 100 partes de pasta de sulfito blanqueada químicamente, batida en 2000 partes de agua en un Hollander. Después de 15 minutos de mezclado, el material se aprestó con apresto de resina y sulfato de aluminio, de manera convencional. El papel producido a partir de este material tiene un tono amarillo con buenas solideces a la humedad.

Los Ejemplos H e I de Uso también se pueden llevar a cabo con los colorantes 2 a 32 con resultados similares.

REIVINDICACIONES

1. Compuestos de la fórmula general (I)



E significa NH₂ u OH,

5 R⁰ significa un grupo alquilo de C₁ a C₄ sustituido o un grupo alquilo de C₁ a C₄ no sustituido,

R¹ significa H, un grupo alquilo de C₁ a C₄ sustituido o un grupo alquilo de C₁ a C₄ no sustituido, un grupo sulfo, -CO-NH₂, -CO-NH-(alquilo de C₁ a C₄) o CN,

R² significa H, un grupo alquilo de C₁ a C₄ sustituido o un grupo alquilo de C₁ a C₄ no sustituido,

10 R³ significa H, un grupo sulfo, un grupo alquilo de C₁ a C₄ sustituido o un grupo alquilo de C₁ a C₄ no sustituido, un grupo alcoxi de C₁ a C₄ sustituido o un grupo alcoxi de C₁ a C₄ no sustituido,

R⁴ significa H, un grupo alquilo de C₁ a C₄ sustituido o un grupo alquilo de C₁ a C₄ no sustituido, un grupo alcoxi de C₁ a C₄ sustituido o un grupo alcoxi de C₁ a C₄ no sustituido,

B un grupo con la fórmula -SO₂-, -NH-CO-NH-, -CR⁵R⁶-, en la que

R⁵ significa H, un grupo alquilo de C₁ a C₉ sustituido o un grupo alquilo de C₁ a C₉ no sustituido,

15 R⁶ significa H, un grupo alquilo de C₁ a C₉ sustituido o un grupo alquilo de C₁ a C₉ no sustituido, un grupo arilo no sustituido o un grupo arilo sustituido, o R⁵ y R⁶ forman juntos un anillo cicloalifático de cinco o seis miembros, en el que los anillos de cinco o seis miembros están sustituidos con un grupo alquilo de C₁ a C₄, o los anillos de cinco o seis miembros no están sustituidos adicionalmente.

20 2. Compuestos según la reivindicación 1, caracterizados porque los compuestos de fórmula (I) poseen al menos un sustituyente aniónico.

3. Compuestos según la reivindicación 2, caracterizados porque

E significa NH₂ o OH,

R⁰ significa un grupo alquilo de C₁ a C₂ no sustituido,

25 R¹ significa un grupo alquilo de C₁ a C₂ sustituido o un grupo alquilo de C₁ a C₂ no sustituido, un grupo sulfo, -CO-NH₂-, -CO-NH-(alquilo de C₁ a C₂) o CN,

R² significa un grupo alquilo de C₁ a C₃ sustituido o un grupo alquilo de C₁ a C₃ no sustituido,

R³ significa H, un grupo sulfo, un grupo alquilo de C₁ a C₂ no sustituido, un grupo alcoxi de C₁ a C₂ no sustituido,

R⁴ significa H, un grupo alquilo de C₁ a C₂ no sustituido, un grupo alcoxi de C₁ a C₂ no sustituido,

30 B un grupo con la fórmula -SO₂-, -CR⁵R⁶-, en la que

R⁵ significa H, un grupo alquilo de C₁ a C₉ sustituido o un grupo alquilo de C₁ a C₉ no sustituido,

35 R⁶ significa a un grupo alquilo de C₁ a C₉ sustituido o un grupo alquilo de C₁ a C₉ no sustituido, un grupo arilo no sustituido o un grupo arilo sustituido, o R⁵ y R⁶ forman juntos un anillo cicloalifático de cinco o seis miembros, en el que los anillos de cinco o seis miembros están sustituidos con un grupo alquilo de C₁ a C₄ o los anillos de cinco o seis miembros no están sustituidos adicionalmente.

4. Compuestos según la reivindicación 3, caracterizados porque

E significa NH₂ o OH,

R⁰ significa un grupo metilo,

R¹ significa -CH₂-SO₃H, -CONH₂ o -CN,

R² significa un grupo etilo, -CH₂-CH₂-CH₂-NH-CH₃, -CH₂-CH₂-COOH, o -CH₂-CH₂-CH₂-O-CH₂-CH₂-CH₂-CH₃

5 R³ significa H, metilo, metoxi o un grupo sulfo

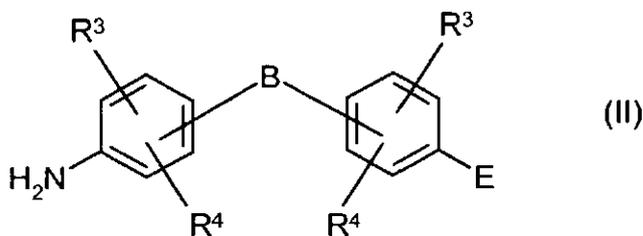
R⁴ significa H, metilo o un grupo metoxi

B un grupo de fórmula -SO₂- o -CR⁵R⁶-, en la que

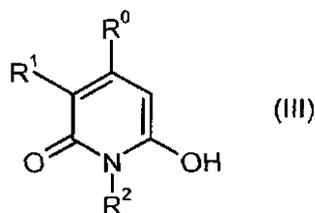
R⁵ significa H, metilo o un grupo etilo,

10 R⁶ significa un grupo alquilo de C₁ a C₄ no sustituido, un grupo arilo sustituido, o R⁵ y R⁶ forman juntos un anillo cicloalifático de seis miembros, en el que los anillos de seis miembros no están sustituidos adicionalmente.

5. Procedimiento para preparar compuestos de la fórmula (I) según la reivindicación 1, caracterizado porque funciones amina de los compuestos de la fórmula (II)



15 se diazotan y se acoplan a totalmente un equivalente de un compuesto de la fórmula (III)



en la que los sustituyentes son cada uno como se definen anteriormente.

6. Uso de los compuestos de la fórmula (I) según la reivindicación 1, para teñir y/o imprimir sustratos orgánicos.

20 7. Uso de los compuestos de fórmula (I) según la reivindicación 1, para teñir y/o imprimir lana, seda y poliamidas sintéticas.

8. Uso de los compuestos de fórmula (I) según la reivindicación 1, para prepara tintas para el procedimiento de chorro de tinta.