



# OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 424 157

51 Int. Cl.:

C09B 29/085 (2006.01) D06P 1/18 (2006.01)

(12)

# TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 14.01.2008 E 08701452 (8)
   97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: 22.05.2013 EP 2125962
- (54) Título: Colorantes en dispersión, su preparación y su utilización
- (30) Prioridad:

#### 23.01.2007 DE 102007003372

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 27.09.2013

(73) Titular/es:

DYSTAR COLOURS DISTRIBUTION GMBH (100.0%) Industriepark Höchst, Gebäude B 598 65926 Frankfurt am Main, DE

(72) Inventor/es:

JORDAN, HARTWIG; NEUBAUER, STEFAN; LAWRENCE, ANTHONNY y HALL, NIGEL

(74) Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

### **DESCRIPCIÓN**

Colorantes en dispersión, su preparación y su utilización.

5 Son objeto del presente invento unos colorantes azoicos en dispersión, en los cuales unos sustituyentes, que contienen determinados grupos de ésteres, están unidos con el cromóforo a través de un engarzador. Unos colorantes, que contienen este elemento estructural, ya son conocidos y se describen, por ejemplo, en el documento de patente británica GB 909843 y en los documentos de solicitudes de patentes internacionales WO05/20014 y WO05/056690. También son conocidos unos colorantes, en los cuales tales grupos de ésteres están unidos con el cromóforo a través de un engarzador de acil-amino en la posición orto con respecto al puente azoico, y se describen 10 en el documento de patente japonesa JP58-002352.

Por fin se encontró que unos colorantes azoicos en dispersión, en los cuales tales elementos estructurales o respectivamente unos elementos estructurales similares están unidos de un determinado modo, tienen unas propiedades sobresalientes, y unas tinciones producidas con ellos se distinguen por unas sobresalientes solideces frente al lavado y por unas muy buenas solideces frente a la sublimación.

El presente invento se refiere a unos colorantes de la fórmula general (I)

en la que 20

25

35

40

15

significa el radical de un componente diazoico:

 $R^1$ representa hidrógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, alcoxi de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o halógeno o, en común con R<sup>2</sup>, forma el grupo -\*CH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-, estando el átomo de carbono designado con \* unido con el núcleo de fenilo;

significan, independientemente uno de otro, hidrógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> sustituido,

alquenilo de  $C_3$ - $C_4$  o alquenilo de  $C_3$ - $C_4$  sustituido; significa - $CHR^6COR^7$  ó - $CH=CH_2$ ;

 $\mathbf{R}^4$   $\mathbf{R}^6$ 

significa hidrógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> o alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> sustituido;

 $R^7$ significa alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> sustituido, viniloxi, alcoxi de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, alcoxi de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> sustituido, fenoxi, fenoxi sustituido, fenilo o fenilo sustituido; y

significa alquileno de C2-C6, alquileno de C2-C6 interrumpido por oxígeno, alquenileno de C2-C6, arileno o 30 L arileno sustituido;

Unos radicales que se presentan para D, de un componente diazoico son en particular, los radicales usuales dentro del sector de los colorantes en dispersión y conocidos para un experto en la especialidad.

De manera preferida, **D** representa un grupo de la fórmula (IIa)

eņ la que

 $C_6$ ), -SO<sub>2</sub>-arilo, ciano, halógeno o nitro, y  $T^3$  y  $T^4$  significan hidrógene T<sup>1</sup> y T<sup>2</sup> significan, independientemente uno de otro, hidrógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, alcoxi de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, -SO<sub>2</sub>-(alquilo de C<sub>1</sub>-

 $T^3$  y  $T^4$  significan hidrógeno, halógeno, ciano, trifluorometilo, -SCN, -SO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub> o nitro; realizándose que por lo menos uno de los radicales  $T^1$ ,  $T^2$ ,  $T^3$  y  $T^4$  no significa hidrógeno; o representa un grupo de la fórmula (IIb)

en la que  $T^5$  y  $T^5$  significan, independientemente uno de otro, hidrógeno, nitro o halógeno; y  $T^6$  significa hidrógeno, -SO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>, -SCN, alcoxi de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, halógeno o nitro; realizándose que por lo menos uno de los radicales  $T^5$ ,  $T^5$  y  $T^6$  no significa

o representa un grupo de la fórmula (IIc)

10

5

en la que T12 significa hidrógeno o halógeno; o representa un grupo de la fórmula (IId)

15

en la que

T<sup>7</sup> significa nitro, -CHO, ciano, -COCH<sub>3</sub> o un grupo de la fórmula

20

25

en la que **T**<sup>10</sup> es hidrógeno, halógeno, nitro o ciano;

T<sup>8</sup> significa hidrógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o halógeno; y

T<sup>9</sup> significa nitro, ciano, -COCH<sub>3</sub> ó -COOT<sup>11</sup>, en la que **T**<sup>11</sup> es alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; o representa un grupo de la fórmula

30

en la que T<sup>7</sup> y T<sup>8</sup> están definidos tal como anteriormente, o representa un grupo de la fórmula (IIf)

en la que  $T^{13}$  significa fenilo o S-(alquilo de  $C_1$ - $C_4$ ); o representa un grupo de la fórmula (IIg)

35

en la que  $T^{14}$  significa ciano o -COCH<sub>3</sub> o -COOT<sup>11</sup>, en la que  $T^{11}$  es alquilo de  $C_1$ - $C_4$  y  $T^{15}$  significa fenilo o alquilo de

o representa un grupo de la fórmula (IIh)

en la que **T**<sup>14</sup> está definido tal como anteriormente y **T**<sup>16</sup> representa alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; o representa un grupo de la fórmula (IIi)

en la que T<sup>17</sup> significa cianometilo, bencilo o alilo; o representa un grupo de la fórmula (IIj)

CN (II)

Los grupos alquilo mencionados en las definiciones anteriores o respectivamente posteriores pueden ser lineales o ramificados y significan, por ejemplo, metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, i-butilo, terc.-butilo, n-pentilo o n-hexilo. Lo análogo es válido para alcoxi y alquileno de C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>. Un alquileno de C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> interrumpido por oxígeno corresponde en particular a la fórmula -(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-O-(CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>-, en la que **n** y **m** representan en cada caso un número de 1 a 5 y cuya suma es un número de 2 a 6.

Siempre y cuando que los grupos alquilo estén sustituidos, entonces ellos están sustituidos en particular con 1 hasta 3 sustituyentes escogidos entre la serie formada por halógeno, ciano, hidroxi, alcoxi de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, -COO-(alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>), -COOarilo, -OCO(alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>), -OCO(alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>), fenilo, -OCOfenilo y fenoxi.

Los grupos alquenilo son en particular alilo. Los grupos alquenilo sustituidos llevan en particular unos sustituyentes escogidos entre la serie formada por metilo, etilo y fenilo.

Los grupos arilo son en particular fenilo y naftilo, los grupos arileno son en particular fenileno y naftileno. Siempre y cuando que éstos o los grupos fenoxi estén sustituidos, entonces ellos llevan uno o varios, en particular 1, 2 ó 3, sustituyentes escogidos entre la serie formada por halógeno, alquilo de  $C_1$ - $C_4$ , alcoxi de  $C_1$ - $C_4$ , fenilo, nitro, ciano, trifluorometilo y - $SO_2$ - $CH_3$ .

Halógeno representa de manera preferida cloro o bromo.

10

30

35

45

R<sup>1</sup> representa de manera preferida hidrógeno, cloro, metilo, etilo, metoxi ó etoxi.

 $\mathbb{R}^2$  y  $\mathbb{R}^3$  representan independientemente uno de otro de manera preferida hidrógeno, metilo, etilo, n-propilo, n-butilo, cianoetilo,  $-C_2H_4$ -OCOC $_2H_5$ ,  $-C_2H_4$ -COOC $_3$ ,  $-C_2H_4$ -COOC $_3$ ,  $-C_2H_4$ -COOC $_3$ , metoxietilo, etoxietilo, fenoxietilo, fenetilo, bencilo o alilo.

40 **R**<sup>6</sup> representa de manera especialmente preferida hidrógeno.

R<sup>7</sup> representa de manera preferida metilo, etilo, viniloxi, fenilo, metoxi, etoxi, propoxi, benciloxi o fenoxi.

L representa de manera preferida etileno, propileno, butileno, etenileno, butenileno, 1,3-fenileno, 1,4-fenileno ó -CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>-.

Unos colorantes preferidos conforme al invento corresponden a la fórmula general (la)

en la que T<sup>1</sup> hasta T<sup>4</sup>, R<sup>1</sup> hasta R<sup>4</sup> y L están definidos tal como anteriormente.

Unos colorantes de este tipo conformes al invento, especialmente preferidos, corresponden a la fórmula general

$$O_2N$$
 $N=N$ 
 $N=N$ 

10

20

5

T<sup>3'</sup> representa hidrógeno, ciano, cloro o bromo; T<sup>4'</sup> representa hidrógeno, ciano, cloro o bromo; T<sup>4</sup> representa hidrógeno, ciano, nitro, cloro o bromo; R<sub>o</sub><sup>1</sup> representa hidrógeno o metovi:

R<sup>1</sup> representa hidrógeno o metoxi; R<sup>2</sup> representa hidrógeno, etilo, alilo o metoxietilo; 15

R<sup>3'</sup> representa etilo, alilo, metoxietilo o cianoetilo;

R<sup>4'</sup> representa -CH<sub>2</sub>COR<sup>7'</sup> ó -CH=CH<sub>2</sub>;

R<sup>7'</sup> representa metilo, etilo, fenilo, metoxi, etoxi o viniloxi; y

L' representa etileno, propileno, butileno, 1,3-fenileno, 1,4-fenileno ó -CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>-.

Otros preferidos colorantes conformes al invento corresponden a la fórmula general (lb)

en la que R1 hasta R4 y L están definidos tal como se ha indicado anteriormente y D' representa 3,5-diciano-4-25 clorotienilo-2, 3,5-dicianotienilo-2, 3,5-diciano-4-metiltienilo-2, 3-ciano-5-nitrotienilo-2, 3-ciano-4-cloro-5-formiltienilo-2 2, 3,5-dinitrotienilo-2, 3-acetil-5-nitrotienilo-2, 5-acetil-3-nitrotienilo-2, 3-(alcoxi de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-carbonil)-5-nitrotienilo-2, 5fenilazo-3-cianotienilo-2, 5-(4-nitrofenilazo)-3-cianotienilo-2, 5-nitrotiazolilo-2, 4-cloro-5-formiltiazolilo-2, 7-cloro-5-nitrobenzoisotiazolilo-3, 7-bromo-5-nitrobenzoisotiazolilo-3, nitrobenzoisotiazolilo-3. cianoisotiazolilo-5, 3-fenil-1,2,4-tiadiazolilo-2, 5-(alquil de C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub>)-mercapto))-1,3,4-tiadiazolilo-2, 1-cianometil-4,5-30 dicianoimidazolilo-2, 6-nitrobenzotiazolilo-2, 5-nitrobenzotiazolilo-2, 6-rodanobenzotiazolilo-2, 6-clorobenzotiazolilo-2 o (5),6,(7)-diclorobenzotiazolilo-2.

Los colorantes de la fórmula general (I) conformes al invento se pueden preparar mediante unos métodos que son conocidos para un experto en la especialidad.

Así, a modo de ejemplo, un compuesto de la fórmula general (III)

D-NH<sub>2</sub> (III)

40

35

en la que  ${\bf D}$  está definido tal como anteriormente, se diazota y se copula con un compuesto de la fórmula general (IV)

$$\begin{array}{c}
R^{1} \\
R^{2} \\
N \\
R^{3}
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
R^{4} \\
O \\
R^{4} \\
O
\end{array}$$
(IV)

en la que R<sup>1</sup> hasta R<sup>4</sup> y L están definidos tal como anteriormente.

5

10

15

20

25

30

35

40

50

55

La diazotación de los compuestos de la fórmula general (II) se efectúa por regla general de un modo conocido, por ejemplo, con nitrito de sodio en un medio acuoso de carácter ácido, por ejemplo, acidificado con ácido clorhídrico o sulfúrico, o con ácido nitrosil-sulfúrico en ácido sulfúrico concentrado, ácido fosfórico o en una mezcla de los ácidos acético y propiónico. El intervalo preferido de temperaturas se sitúa entre 0 °C y 15 °C.

La copulación de los compuestos diazotados con los compuestos de la fórmula general (IV) se efectúa por regla general asimismo de un modo conocido, por ejemplo, en un medio acuoso, acuoso-orgánico u orgánico, de carácter ácido, de manera especialmente preferida a unas temperaturas situadas por debajo de 10 °C. Como ácidos se utilizan en particular ácido sulfúrico, ácido acético o ácido propiónico.

Los compuestos de las fórmulas generales (III) y (IV) son conocidos y se pueden preparar según métodos conocidos.

Los colorantes de la fórmula general (I) conformes al invento se adecuan sobresalientemente para la tinción y la estampación de materiales hidrófobos, distinguiéndose las tinciones y estampaciones obtenidas por unos tonos cromáticos iguales y unas altas solideces para el uso. Se han de resaltar las sobresalientes solideces frente al lavado y unas muy buenas solideces frente la sublimación.

El presente invento se refiere por consiguiente también a la utilización de los colorantes de la fórmula general I para la tinción y la estampación de materiales hidrófobos o respectivamente a un procedimiento para la tinción o estampación de tales materiales en unos modos de proceder en sí usuales, en cuyos casos uno o varios colorantes conformes al invento de la fórmula (I) se emplea(n) como un agente colorante.

Los mencionados materiales hidrófobos pueden ser de procedencia sintética o semisintética. Entran en consideración, por ejemplo, 2½-acetato de celulosa, triacetato de celulosa, poliamidas, poliactidas y en particular poliésteres de alto peso molecular. Los materiales a base de poliésteres de alto peso molecular son en particular los que están constituidos a base de poli(tereftalatos de etileno) y poli(tereftalatos de trimetileno). También entran en consideración unos tejidos mixtos y unas fibras mixtas, que se componen de un poliéster y algodón o un poliéster y un elastano.

Los materiales sintéticos hidrófobos se pueden presentar en forma de láminas o de estructuras laminares o en forma de hilos, y pueden ser elaborados para formar hilos o unos materiales textiles hilados, tricotados o de punto.

Se prefieren unos materiales textiles en forma de fibras, que se pueden presentar, por ejemplo, también en forma de microfibras.

La tinción de acuerdo con la utilización conforme al invento se puede efectuar de un modo en sí conocido, de manera preferida a partir de una dispersión acuosa, eventualmente en presencia de unos vehículos, a unas temperaturas comprendidas entre 80 y aproximadamente 110 °C según el procedimiento por agotamiento o según el procedimiento a alta temperatura en un autoclave de tinción a 110 hasta 140 °C, así como según el denominado procedimiento de fijación térmica, siendo el género impregnado con el baño de tinción y a continuación fijado a aproximadamente 180 hasta 230 °C.

La estampación de los mencionados materiales se puede llevar a cabo de manera en sí conocida de tal modo que los colorantes de la fórmula general (I) conformes al invento sean incorporados en una pasta de estampación, y que el género estampado con ésta sea tratado para la fijación del colorante, eventualmente en presencia de un vehículo, a unas temperaturas comprendidas entre 180 y 230 °C con un vapor a alta temperatura, con un vapor a presión o con un calor seco.

### ES 2 424 157 T3

Los colorantes de la fórmula general (I) conformes al invento deben de presentarse en el caso de su aplicación en baños de tratamiento de tinción, en baños de impregnación continua a lo ancho o en pastas de estampación en una distribución lo más fina que sea posible.

La distribución fina de los colorantes se efectúa de manera en sí conocida mediante el recurso de que el colorante que resulta en la fabricación es suspendido en común con agentes dispersantes en un medio líquido, de manera preferida en agua, y la mezcla es sometida a la acción de fuerzas de cizalladura, siendo las partículas originalmente presentes del colorante desmenuzadas mecánicamente hasta tal punto que se alcance una óptima superficie específica y que la sedimentación del colorante sea lo más pequeña posible. Esto se realiza en unos molinos adecuados, tales como unos molinos de bolas o de arena. El tamaño de partículas de los colorantes se sitúa por regla general entre 0,5 y 5 μm, de manera preferida en aproximadamente 1 μm.

Los agentes dispersivos utilizados concomitantemente en el proceso de molienda pueden ser no ionógenos o aniónicamente activos. Unos agentes dispersivos no ionógenos son, por ejemplo, unos productos de reacción de óxidos de alquileno, tales como, por ejemplo, óxido de etileno u óxido de propileno con unos compuestos alquilables, tales como, por ejemplo, alcoholes grasos, aminas grasas, ácidos grasos, fenoles, alquil-fenoles y amidas de ácidos carboxílicos. Unos agentes dispersivos aniónicamente activos son, por ejemplo, unos lignina-sulfonatos, alquil- o alquilaril-sulfonatos o alquil-aril-poliglicol-éter-sulfatos.

15

25

30

35

40

45

50

Las formulaciones de colorantes obtenidas de esta manera deben de ser vertibles para la mayoría de los usos. El contenido de colorante y de agente dispersivo es, por lo tanto, restringido en estos casos. Por lo general, las dispersiones son ajustadas a un contenido del colorante de hasta 50 tantos por ciento en peso y a un contenido del agente dispersivo de hasta 25 tantos por ciento en peso. Por motivos económicos, en la mayoría de los casos los contenidos de los colorantes no quedan por debajo de 15 tantos por ciento en peso.

Las dispersiones pueden contener también todavía otros agentes coadyuvantes, por ejemplo, aquéllos que actúan como agentes de oxidación, tales como, por ejemplo, m-nitrobencenosulfonato de sodio o unos agentes fungicidas, tales como, por ejemplo, o-fenil-fenolato de sodio y pentaclorofenolato de sodio, y en particular unos denominados "donantes de ácidos", tales como, por ejemplo, butirolactona, monocloroacetamida, cloroacetato de sodio, dicloroacetato de sodio, la sal de Na del ácido 3-cloropropiónico, unos semiésteres del ácido sulfúrico, tales como, por ejemplo, un lauril-sulfato, así como unos ésteres de ácido sulfúrico de alcoholes oxietilados y oxipropilados, tales como, por ejemplo, sulfato de butilglicol.

Las dispersiones de colorantes obtenidas de esta manera se pueden utilizar muy ventajosamente para la formulación de baños de tratamiento de tinción y pastas para estampación.

Para ciertos sectores de uso se prefieren unos ajustes de polvos. Estos polvos contienen el agente colorante, unos agentes dispersivos y otros agentes coadyuvantes, tales como, por ejemplo, agentes humectantes, oxidantes, conservantes y desempolvadores, y los "donantes de ácido" arriba mencionados.

Un procedimiento preferido de preparación para unas formulaciones pulverulentas de colorantes consiste en que a las dispersiones líquidas de colorantes, anteriormente descritas, se les substrae el líquido, por ejemplo, mediante desecación en vacío, desecación por liofilización, desecación sobre secadores de rodillos, pero de manera preferida mediante desecación por atomización.

Para la preparación de los baños de tratamiento de tinción, las cantidades requeridas de los ajustes de colorantes anteriormente descritos se diluyen con el medio de tinción, de manera preferida con agua, hasta tal punto que para la tinción resulte una relación de baño de tratamiento de 1:5 hasta 1:50. Adicionalmente, a los baños de tratamiento se les añaden por regla general otros agentes coadyuvantes de tinción, tales como agentes coadyuvantes de dispersión, de humectación y de fijación. Mediante la adición de unos ácidos orgánicos e inorgánicos tales como ácido acético, ácido succínico, ácido bórico o ácido fosfórico se ajusta un valor del pH de 4 a 5, de manera preferida de 4,5. Es ventajoso tamponar el valor del pH ajustado y añadir una cantidad suficiente de un sistema tamponador. Un ventajoso sistema tamponador es, por ejemplo, el sistema de ácido acético y acetato de sodio.

Si el colorante o la mezcla de colorantes debe de ser utilizada en la estampación de géneros textiles, entonces las cantidades requeridas de los ajustes de colorantes anteriormente mencionados son amasadas de un modo en sí conocido para formar pastas para estampación en común con unos agentes espesantes, tales como, por ejemplo, unos alginatos de metales alcalinos o similares, y eventualmente otros aditivos, tales como, por ejemplo, aceleradores de la fijación, agentes humectantes y agentes oxidantes.

El presente invento se refiere también a unas tintas para la estampación digital de materiales textiles según el procedimiento de estampación por chorros de tinta, que está caracterizado por que ellas contienen un colorante conforme al invento de la fórmula general (I).

65 Las tintas conformes al invento son de manera preferida acuosas y contienen uno o varios de los colorantes de la fórmula general (I) conformes al invento, por ejemplo, en unas proporciones de 0,1 a 50 % en peso, de manera

preferida en unas proporciones de 1 a 30 % en peso y de manera especialmente preferida en unas proporciones de 1 a 15 % en peso, referidas al peso total de la tinta.

Junto a esto, ellas contienen en particular de 0,1 a 20 % en peso de un agente dispersivo. Unos agentes dispersivos adecuados son conocidos para un experto en la especialidad, y son obtenibles en el comercio y comprenden, a modo de ejemplo, unas ligninas sulfonadas o sulfometiladas, unos productos de condensación a base de ácidos sulfónicos aromáticos y formaldehído, unos productos de condensación a base de un fenol eventualmente sustituido y formaldehído, unos poliacrilatos y unos correspondientes copolímeros, unos poliuretanos modificados y unos productos de reacción de óxidos de alquileno con unos compuestos alquilables, tales como, por ejemplo, alcoholes grasos, aminas grasas, ácidos grasos, amidas de ácidos carboxílicos y eventualmente fenoles sustituidos.

Además, las tintas conformes al invento pueden contener los aditivos usuales, tales como, por ejemplo, unos agentes moderadores de la viscosidad en torno a unas viscosidades situadas en el intervalo de 1,5 a 40,0 mPas, en un intervalo de temperaturas de 20 a 50 °C. Las tintas preferidas tienen una viscosidad de 1,5 a 20 mPas y unas tintas especialmente preferidas tienen una viscosidad de 1,5 a 15 mPas.

Como agentes moderadores de la viscosidad se adecuan unos aditivos reológicos, tales como, por ejemplo, una poli(vinilcaprolactama), una poli(vinilpirrolidona) así como sus copolímeros, un poliéter-poliol, agentes espesantes asociativos, una poliurea, alginatos de sodio, galactomananos modificados, una poli(éter-urea), un poliuretano y éteres de celulosa no ionógenos.

Como otros aditivos, las tintas conformes al invento pueden contener unas sustancias tensioactivas para el ajuste de unas tensiones superficiales de 20 a 65 mN/m, que eventualmente se pueden adaptar en dependencia del procedimiento utilizado (de tecnología térmica o piezoeléctrica).

Como sustancias tensioactivas se adecuan, por ejemplo, agentes tensioactivos de cualquier tipo, de manera preferida unos agentes tensioactivos no ionógenos, butildiglicol y 1,2-hexanodiol.

Además, las tintas pueden contener todavía unos aditivos usuales, tales como, por ejemplo, unas sustancias para la inhibición del crecimiento de hongos y bacterias en unas proporciones de 0,01 a 1 % en peso, referidas al peso total de la tinta.

Las tintas conformes al invento se pueden preparar de manera usual mediante mezcladura de los componentes en agua.

## Ejemplo 1

5

10

15

20

25

35

40

45

5,2 g de 6-bromo-2,4-dinitroanilina se introducen a 30 hasta 35 °C en una mezcla a base de 9,8 ml de ácido sulfúrico (al 96 %), 0,5 ml de agua y 3,5 ml de ácido nitrosil-sulfúrico (al 40 %). Se agita posteriormente durante 3 horas a 30 - 35 °C y a continuación se destruye el exceso del nitrito con el ácido amidosulfónico. La solución de una sal de diazonio así obtenida se añade gota a gota rápidamente a una mezcla a base de 6,4 g del N-(3-dietilaminofenil)-succinilamido-éster 2-oxo-propílico, 50 ml de metanol y 200 g de hielo. Se agita posteriormente durante una hora, se filtra con succión, se lava con agua y se seca. Se obtienen 10,7 g del N-[2-(2-bromo-4,6-dinitrofenilazo)-5-dietilaminofenil]-succinilamido-éster 2-oxo-propílico de la fórmula (lab)

$$O_2N$$
 $N=N$ 
 $O_2$ 
 $O_2$ 
 $O_3$ 
 $O_4$ 
 $O_4$ 
 $O_5$ 
 $O_6$ 
 $O_7$ 
 $O_8$ 
 $O_8$ 

 $(\lambda_{max}[DMF] = 556 \text{ nm})$ , que tiñe a los poliésteres en tonos violetas y tiene unas sobresalientes solideces frente al lavado y la sublimación).

# Ejemplo 2

5,9, g del N-[2-(2-bromo-4,6-dinitrofenilazo)-5-dietilaminofenil]-succinilamido-éster 2-oxo-propílico (lab) y 0,9 g de cianuro de cobre (I) se agitan en 30 ml de N-metil-pirrolidona durante 4 horas a 80 °C. Se deja enfriar y a la tanda se le añaden gota a gota 200 ml de metanol y 50 ml de agua. El material precipitado se filtra con succión, se lava con ácido clorhídrico al 5 % y con agua. Después de una desecación en vacío, se obtienen 4,8 g del colorante de la fórmula (lac)

10

5

 $(\lambda_{max}[DMF] = 588 \text{ nm})$ , que tiñe a los poliésteres en tonos azules brillantes y tiene unas sobresalientes solideces frente al lavado y la sublimación.

## Ejemplos 3 hasta 98

15

Otros colorantes conformes al invento producibles según el procedimiento antes mencionado se indican en la Tabla 1.

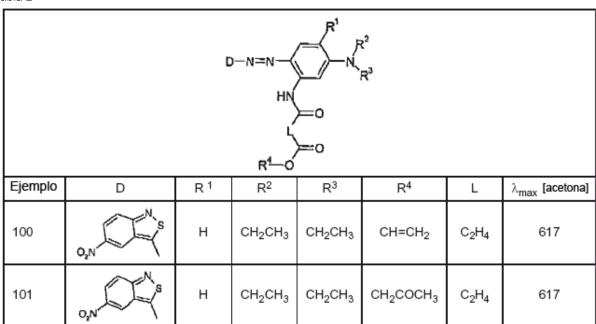
Tabla 1

## (continuación)

#### 5 Ejemplos 100 hasta 104

Otros colorantes conformes al invento producibles según el procedimiento antes mencionado se indican en la Tabla 2

#### Tabla 2



# Ejemplo 105

5 **Ejemp**i

Una estructura laminar textil, que se compone de poliésteres, se fularda con un baño de tratamiento que se compone de 50 g/l de una solución al 8 % de alginato de sodio, 100 g/l de una solución de éter de Kemmehr y 5 g/l de fosfato de monosodio en agua y luego se seca. La absorción del baño es de 70 %.

- Sobre el material textil tratado previamente de esta manera se estampa una tinta acuosa, producida según el modo de proceder antes descrito, que contiene
  - 3,5 % del colorante de acuerdo con el Ejemplo 1,
  - 2,5 % del agente dispersivo Disperbyk 190,
- 15 30 % de 1,5 pentanodiol,
  - 5 % de dietilenglicol-monometil-éter,
  - 0,01 % del agente biocida Mergal K9N y
  - 58,99 % de agua
- 20 con una cabeza de estampación (piezo) por chorros de tinta de gotas a demanda (en inglés drop-on-demand (piezo) inkjet). El material estampado se seca totalmente. La fijación se efectúa mediante un vapor sobrecalentado a 175 °C durante 7 minutos. A continuación, el material estampado se somete a un tratamiento posterior por reducción en condiciones alcalinas, se enjuaga en caliente y luego se seca.

#### **REIVINDICACIONES**

1. Colorante de la fórmula general (I)

5 en la que

> significa el radical de un componente diazoico; D

 $R^1$ representa hidrógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, alcoxi de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o halógeno o, en común con R<sup>2</sup>, forma el grupo -\*CH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-, estando el átomo de carbono designado con \* unido con el núcleo de fenilo;

significan, independientemente uno de otro, hidrógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> sustituido, alquenilo de C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub> o alquenilo de C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub> sustituido; significa -CHR<sup>6</sup>COR<sup>7</sup> o -CH=CH<sub>2</sub>;

 $R^4$ 

 $R^6$ significa hidrógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> o alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> sustituido;

 $R^7$ significa alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> sustituido, viniloxi, alcoxi de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, alcoxi de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> sustituido, fenoxi, fenoxi sustituido, fenilo o fenilo sustituido; y

15 significa alquileno de C2-C6, alquileno de C2-C6 interrumpido por oxígeno, alquenileno de C2-C6, arileno o arileno sustituido.

2. Colorante de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que D representa un grupo de la fórmula (IIa)

20

10

en la que

T<sup>1</sup> y T<sup>2</sup> significan, independientemente uno de otro, hidrógeno, alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, alcoxi de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, -SO<sub>2</sub>-(alquilo de C<sub>1</sub>-

 $C_6$ ), -SO<sub>2</sub>-arilo, ciano, halógeno o nitro; y  $T^3$  y  $T^4$  significan hidrógeno, halógeno, ciano, trifluorometilo, -SCN, -SO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub> o nitro; realizándose que por lo menos uno de los radicales  $T^1$ ,  $T^2$ ,  $T^3$  y  $T^4$  no significa hidrógeno; 25 o representa un grupo de la fórmula (IIb)

30

en la que  $T^5$  y  $T^5$  significan, independientemente uno de otro, hidrógeno, nitro o halógeno; y  $T^6$  significa hidrógeno, -SO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>, -SCN, alcoxi de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, halógeno o nitro; realizándose que por lo menos uno de los  $T^5$   $T^5$   $T^5$  as significa hidrógeno.

o representa un grupo de la fórmula (IIc) 35

en la que T<sup>12</sup> significa hidrógeno o halógeno; o representa un grupo de la fórmula (IId)

5

10

25

T<sup>7</sup> significa nitro, -CHO, ciano, -COCH<sub>3</sub> o un grupo de la fórmula

en la que  $T^{10}$  es hidrógeno, halógeno, nitro o ciano;  $T^8$  significa hidrógeno, alquilo de  $C_1$ - $C_4$  o halógeno; y  $T^9$  significa nitro, ciano, -COCH $_3$  ó -COOT $_4$ , en donde  $T^{11}$  es alquilo de  $C_1$ - $C_4$ ; o representa un grupo de la fórmula 15

en la que  $T^7$  y  $T^8$  están definidos como anteriormente, o representan un grupo de la fórmula (IIf) 20

en la que  $T^{13}$  significa fenilo o S-(alquilo de  $C_1$ - $C_4$ ); o representa un grupo de la fórmula (IIg)

en la que  $\textbf{T}^{14}$  significa ciano o -COCH $_3$  o -COOT $^{11}$ , en la que  $\textbf{T}^{11}$  es alquilo de  $C_1$ - $C_4$  y  $\textbf{T}^{15}$  significa fenilo o alquilo de

o representa un grupo de la fórmula (IIh) 30

en la que T<sup>14</sup> está definido como anteriormente y T<sup>16</sup> representa alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; o representa un grupo de la fórmula (IIi) 35

en la que T<sup>17</sup> significa cianometilo, bencilo o alilo; o representa un grupo de la fórmula (IIj)

3. Colorante de acuerdo con la reivindicación 1 y/o 2, caracterizado por que R<sup>1</sup> representa hidrógeno, cloro, metilo, etilo, metoxi ó etoxi;

R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> representan, independientemente uno de otro, hidrógeno, metilo, etilo, n-propilo, n-butilo, cianoetilo, -C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-OCOCH<sub>3</sub>, -C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-OCOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, -C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-COOCH<sub>3</sub>, -C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-COOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, metoxietilo, etoxietilo, fenoxietilo, fenotilo, bencilo o alilo;

5

10

R<sup>6</sup> representa hidrógeno.
 R<sup>7</sup> representa metilo, etilo, fenilo, metoxi, etoxi, propoxi, viniloxi, benciloxi o fenoxi; y

L representa etileno, propileno, butileno, etenileno, butenileno, 1,3-fenileno, 1,4-fenileno o -CH2OCH2-. 15

4. Colorante de acuerdo con la reivindicación 1 y/o 2, caracterizado por que corresponde a la fórmula general (la)

en la que T<sup>1</sup> hasta T<sup>4</sup>, R<sup>1</sup> hasta R<sup>4</sup> y L están definidos tal como se indica en la reivindicación 1. 20

5. Colorante de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado por que corresponde a la fórmula general (laa)

$$O_2N$$
 $N=N$ 
 $N=N$ 

25

T<sup>3'</sup> representa hidrógeno, ciano, cloro o bromo; T<sup>4'</sup> representa hidrógeno, ciano, cloro o bromo; representa hidrógeno, ciano, nitro, cloro o bromo;

representa hidrógeno o metoxi; 30

R<sup>2</sup> representa hidrógeno, etilo, alilo o metoxietilo;

R<sup>3'</sup> representa etilo, alilo, metoxietilo o cianoetilo;

**R**<sup>4</sup> representa -CH<sub>2</sub>COR<sup>7</sup> o -CH=CH<sub>2</sub>;

**R**<sup>7'</sup> representa metilo, etilo, fenilo, metoxi, etoxi o viniloxi; y

35 L' representa etileno, propileno, butileno, 1,3-fenileno, 1,4-fenileno o -CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>-. 6. Colorante de acuerdo con la reivindicación 1 y/o 2, caracterizado por que corresponde a la fórmula general (lb)

en la que R¹ hasta R⁴ y L están definidos tal como se ha indicado en la reivindicación 1 y D' representa 3,5-diciano-4-clorotienilo-2, 3,5-dicianotienilo-2, 3,5-diciano-4-metiltienilo-2, 3-ciano-5-nitrotienilo-2, 3-ciano-4-cloro-5-formiltienilo-2, 3,5-dinitrotienilo-2, 3-acetil-5-nitrotienilo-2, 5-acetil-3-nitrotienilo-2, 3-(alcoxi de C₁-C₄)-carbonil)-5-nitrotienilo-2, 5-fenilazo-3-cianotienilo-2, 5-(4-nitrofenilazo)-3-cianotienilo-2, 5-nitrotiazolilo-2, 4-cloro-5-formiltiazolilo-2, 5-nitrobenzoisotiazolilo-3, 7-bromo-5-nitrobenzoisotiazolilo-3, 7-cloro-5-nitrobenzoisotiazolilo-3, 3-metil-4-cianoisotiazolilo-5, 3-fenil-1,2,4-tiadiazolilo-2, 5-(alquil de C₁-C₂)-mercapto))-1,3,4-tiadiazolilo-2, 1-cianometil-4,5-dicianoimidazolilo-2, 6-nitrobenzotiazolilo-2, 5-nitrobenzotiazolilo-2, 6-clorobenzotiazolilo-2 o (5),6,(7)-diclorobenzotiazolilo-2.

7. Procedimiento para la preparación de un colorante de la fórmula general (I) de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que un compuesto de la fórmula general (III)

en la que **D** está definido tal como se ha indicado en la reivindicación 1, se diazota y se copula con un compuesto de la fórmula general (IV)

$$\begin{array}{c}
R^1 \\
R^2 \\
0 \\
R^4 - 0
\end{array}$$
(IV)

en la que R<sup>1</sup> hasta R<sup>4</sup> y L están definidos tal como anteriormente.

- 25 8. Utilización de un colorante de la fórmula I de acuerdo con la reivindicación 1 para la tinción y la estampación de materiales hidrófobos.
  - 9. Tinta para la estampación digital de materiales textiles según el procedimiento de estampación por chorros de tinta, **caracterizada por que** ella contiene un colorante de la fórmula general (I) de acuerdo con la reivindicación 1.

15

20