

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 429 266**

51 Int. Cl.:

**C09B 29/06** (2006.01)

**C09B 29/08** (2006.01)

**C09B 31/043** (2006.01)

**C09D 11/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.08.2008 E 08786734 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.10.2011 EP 2254951**

54 Título: **Colorantes dispersos, su preparación y uso**

30 Prioridad:

**09.08.2007 DE 102007037522**

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

**13.11.2013**

73 Titular/es:

**DYSTAR COLOURS DISTRIBUTION GMBH  
(100.0%)**

**Industriepark Höchst, Gebäude B 598  
65926 Frankfurt am Main, DE**

72 Inventor/es:

**NEUBAUER, STEFAN**

**ES 2 429 266 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

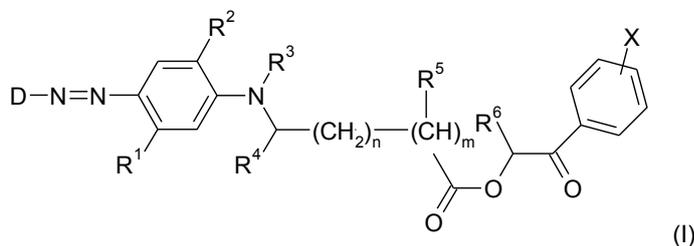
Colorantes dispersos, su preparación y uso.

5 La presente invención se refiere a colorantes azo dispersos en los cuales un éster fenacilo se enlaza al cromoforo. Los colorantes que comprenden este elemento estructural ya son conocidos y se describen por ejemplo en WO05/056690.

10 Se ha hallado ahora que los colorantes azo dispersos en los cuales el éster fenacilo está sustituido con otro radical fenilo o fenoxi tienen propiedades sobresalientes y que las coloraciones preparadas con los mismos son notables por buena solidez al lavado y sobresaliente solidez a la sublimación. En particular, estas coloraciones reúnen los requerimientos especiales de lavandería industrial, donde los textiles están expuestos a altas temperaturas después del ciclo de lavado.

15 Sorprendentemente se ha hallado, a pesar de su peso molecular relativamente alto, que los colorantes de la presente invención encajan en telas de poliéster y mezcla de poliéster.

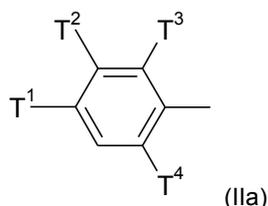
La presente invención provee colorantes de la fórmula general (I)



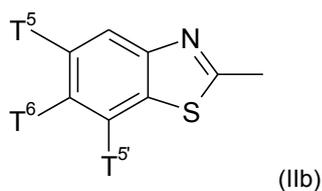
20 donde  
 D es el residuo de un componente diazo,  
 R<sup>1</sup> es hidrógeno, alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>), alcoxi (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>), hidroxilo, halógeno, NHCHO, -NHCOalquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>) o -NH<sub>2</sub>alquilo  
 25 (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>);  
 R<sup>2</sup> es hidrógeno, alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>), alcoxi (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>) o halógeno;  
 R<sup>3</sup> es hidrógeno, alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>), alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>), alqueno (C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>) o alqueno (C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>) sustituido; o  
 R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> se combinan para formar el radical -C\*H(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-, donde el átomo de carbono marcado \*se une al  
 núcleo de fenilo;  
 R<sup>4</sup> es hidrógeno o alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>);  
 30 R<sup>5</sup> es hidrógeno o alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>);  
 R<sup>6</sup> es hidrógeno o alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>);  
 X es fenilo, tiofenilo, sulfonilfenilo o fenoxi;  
 n es 0, 1, o 2; y  
 m es 0 o 1.

35 Los residuos D de un componente diazo son en particular los residuos habituales en el campo de colorantes dispersos y conocidos para los expertos en la técnica.

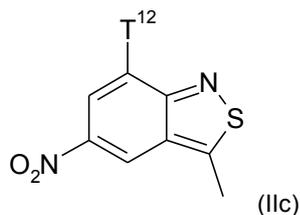
40 Con preferencia, D representa un grupo de la fórmula (IIa)



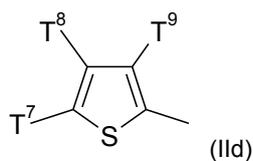
45 donde  
 T<sup>1</sup> y T<sup>2</sup> son independientemente hidrógeno, halógeno, alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>), alcoxi (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>), ciano, -SO<sub>2</sub>alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>) o  
 nitro; y  
 T<sup>4</sup> and T<sup>3</sup> son independientemente hidrógeno, halógeno, trifluorometilo, ciano, -SO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>, -SCN o nitro;  
 con la condición que al menos uno de T<sup>1</sup>, T<sup>2</sup>, T<sup>3</sup> y T<sup>4</sup> no sea hidrógeno; o representa un grupo de la fórmula (IIb)



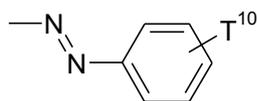
- 5 donde  
 $T^5$  and  $T^6$  son independientemente hidrógeno o halógeno; y  
 $T^6$  es hidrógeno,  $-\text{SO}_2\text{CH}_3$ ,  $-\text{SCN}$ , alcoxí ( $\text{C}_1\text{-C}_4$ ), halógeno, ciano o nitro;  
 con la condición que al menos uno de  $T^5$ ,  $T^6$  y  $T^7$  no sea hidrógeno;  
 o representa un grupo de la fórmula (IIc)



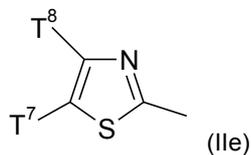
- 10 donde  
 $T^{12}$  es hidrógeno o halógeno;  
 o representa un grupo de la fórmula (IIe)



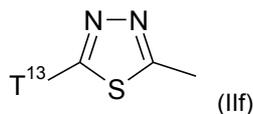
- 15 donde  
 $T^7$  es nitro,  $-\text{CHO}$ ,  $-\text{COCH}_3$ , ciano o un grupo de la fórmula



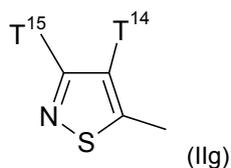
- 20 donde  $T^{10}$  es hidrógeno, halógeno, nitro o ciano;  
 $T^8$  es hidrógeno, alquilo ( $\text{C}_1\text{-C}_6$ ) o halógeno; y  
 $T^9$  es nitro, ciano,  $-\text{COCH}_3$  o  $-\text{COOT}^{11}$ ; donde  $T^{11}$  es alquilo ( $\text{C}_1\text{-C}_4$ );  
 25 o representa un grupo de la fórmula (IIe)



- 30 donde  $T^7$  y  $T^8$  son cada uno de ellos como se definieron anteriormente;  
 o representa un grupo de la fórmula (IIf)

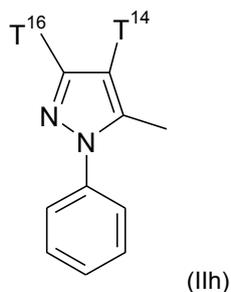


- 35 donde  $T^{13}$  es fenilo o alquilitio ( $\text{C}_1\text{-C}_4$ );  
 o representa un grupo de la fórmula (IIg)



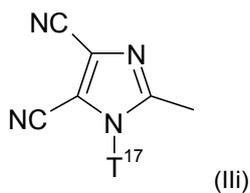
donde T<sup>14</sup> es ciano o -COCH<sub>3</sub> o -COOT<sup>11</sup>, donde T<sup>11</sup> es alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>); y T<sup>15</sup> es fenilo o alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>); o representa un grupo de la fórmula (IIh)

5



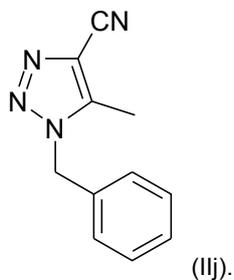
donde T<sup>14</sup> es como se definió anteriormente y T<sup>16</sup> es alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>); o representa un grupo de la fórmula (IIi)

10



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

15



Los grupos alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>) R<sup>1</sup> a R<sup>7</sup> pueden ser de cadena recta o ramificada y son por ejemplo, metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, i-butilo, ter-butilo, n-pentilo n-hexilo. Consideraciones análogas se aplican a alcoxi (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>).

20

Los grupos alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)sustituídos R<sup>3</sup> están sustituidos en particular con 1 a 3 sustituyentes seleccionados del grupo integrado por halógeno, ciano, hidroxilo, alcoxi (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>), -COOalquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>), -OCOOalquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>) y -OCOalquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>).

Un grupo alqueno (C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>) R<sup>3</sup> es en particular alilo.

25

Halógeno es con preferencia cloro o bromo.

R<sup>1</sup> es con preferencia hidrógeno, cloro, metilo, etilo, hidroxilo, metoxi, etoxi, acetilamino, propionilamino, metilsulfonilamino o etilsulfonilamino.

30

R<sup>2</sup> es con preferencia hidrógeno, cloro, metilo, etilo, metoxi, o etoxi.

R<sup>3</sup> es con preferencia hidrógeno, metilo, etilo, propilo, butilo, metoxietilo, 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> o alilo.

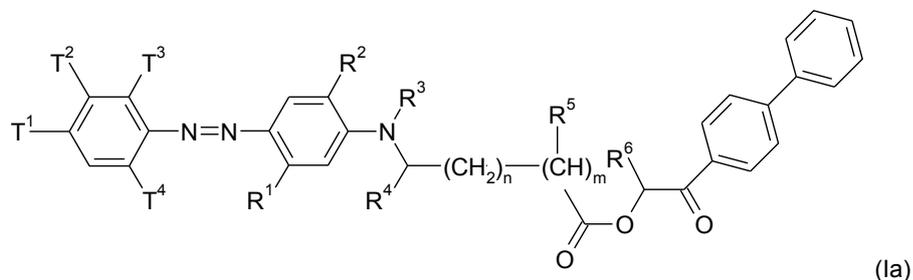
R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup> y R<sup>6</sup> son cada uno de ellos con preferencia metilo o hidrógeno, con mayor preferencia hidrógeno.

35

X es con preferencia fenilo o fenoxi y con mayor preferencia fenilo.

n es preferentemente 0 o 1, con mayor preferencia 0.  
 m es preferentemente 1.  
 m+n es preferentemente 1.

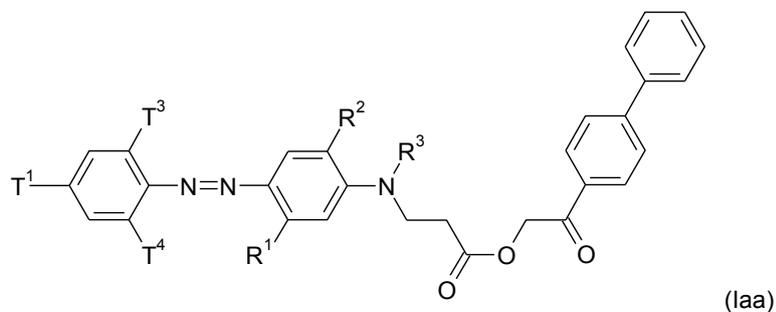
5 Los colorantes preferidos de la presente invención se ajustan a la fórmula general (Ia)



donde T<sup>1</sup> a T<sup>4</sup>, R<sup>1</sup> a R<sup>6</sup>, m y n son cada uno de ellos como se definen anteriormente.

10

Los colorantes particularmente preferidos de la presente invención se ajustan a la fórmula general (Iaa)



15

donde

T<sup>1</sup> es nitro;

T<sup>3</sup> es hidrógeno, ciano, cloro o bromo;

T<sup>4</sup> es hidrógeno, ciano, nitro, cloro, bromo o trifluorometilo;

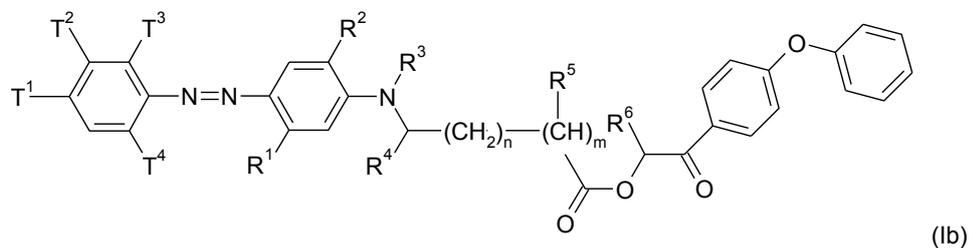
R<sup>1</sup> es hidrógeno, hidroxilo, metilo, acetilamino o propionilamino;

20

R<sup>2</sup> es hidrógeno, cloro, metilo o metoxi;

R<sup>3</sup> es hidrógeno, metilo, etilo, butilo o alilo.

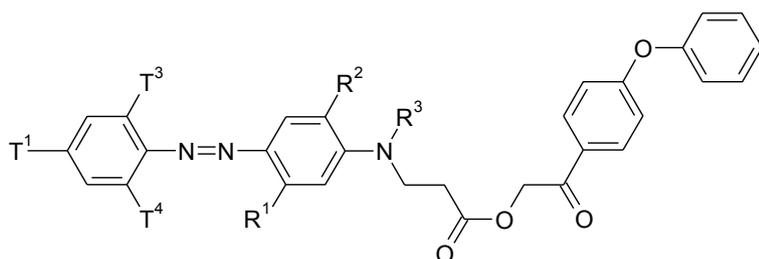
Otros colorantes preferidos de la presente invención se ajustan a la fórmula general (Ib)



25

donde T<sup>1</sup> a T<sup>4</sup>, R<sup>1</sup> a R<sup>6</sup>, m y n son cada uno de ellos como se definen anteriormente.

Los colorantes particularmente preferidos de la presente invención se ajustan a la fórmula general (Iba)



(Iba)

donde

T<sup>1</sup> es nitro;

5 T<sup>3</sup> es hidrógeno, ciano, cloro o bromo;

T<sup>4</sup> es hidrógeno, ciano, nitro, cloro, bromo o trifluorometilo;

R<sup>1</sup> es hidrógeno, hidroxilo, metilo, acetilamino o propionilamino;

R<sup>2</sup> es hidrógeno, cloro, metilo o metoxi;

R<sup>3</sup> es hidrógeno, metilo, etilo, butilo o alilo.

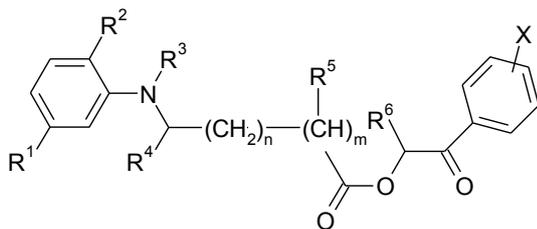
10

Los colorantes de la fórmula general (I) de acuerdo con la presente invención se pueden preparar mediante métodos conocidos por los expertos en la técnica.

Por ejemplo, un compuesto de la fórmula general (III)

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

donde D es como se definió anteriormente, se diazotiza y se acopla a un compuesto de la fórmula (IV)



(IV)

20

donde R<sup>1</sup> a R<sup>6</sup>, X, m y n son cada uno de ellos como se definieron anteriormente.

Los compuestos de la fórmula general (III) se diazotizan en general de una manera conocida, por ejemplo con nitrito de sodio en un medio acuoso ácido, por ejemplo en un medio acuoso que se tornó ácido con ácido clorhídrico o ácido sulfúrico, o con ácido nitrosilsulfúrico en ácido sulfúrico diluido, ácido fosfórico o una mezcla de ácidos acético y propiónico. El rango de temperatura preferido es entre 0°C y 15°C.

25

Los compuestos diazotizados se acoplan en general de igual modo sobre los compuestos de la fórmula general (IV) de una manera conocida, por ejemplo, en un medio ácido, acuoso, acuoso-orgánico u orgánico, con ventaja particular en temperaturas por debajo de 10°C. Los ácidos utilizados en particular son ácido sulfúrico, ácido acético o ácido propiónico.

30

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

35

Los colorantes de la fórmula general (I) de acuerdo con la presente invención son sobresalientes para su uso en la coloración y en la impresión de materiales hidrofóbicos en el sentido que las coloraciones y las impresiones obtenidas son notables por sus sombras en nivel y la elevada solidez al servicio. Merece poner énfasis en la buena solidez al lavado, en particular aquéllos en combinación con una muy buena solidez a la sublimación.

40

Se ha determinado posteriormente que los colorantes dispersos de la presente invención son sobresalientes para su uso en la coloración continua de mezclas de poliéster-algodón como se utiliza para ropa de trabajo por ejemplo. La solidez a la humedad obtenida en particular de acuerdo con el "ensayo de combinación Hoechst" el cual es en particular relevante para esta aplicación y donde el material coloreado está expuesto a temperaturas de 190°C durante 5 minutos antes del ensayo ISO 105-C05, es sobresaliente.

45

Además la presente invención provee de este modo el uso de los colorantes de la fórmula general I para colorear e

imprimir materiales hidrofóbicos, y procesos para colorear o imprimir estos materiales en procedimientos convencionales que utilizan como colorantes uno o más colorantes dispersos de la fórmula general (I) de acuerdo con la presente invención.

5 Los materiales hidrofóbicos mencionados pueden ser de origen sintético o celulósico. Los materiales hidrofóbicos contemplados incluyen por ejemplo acetato de celulosa secundario, triacetato de celulosa, poliamidas y, en particular, poliésteres macromoleculares. Los materiales compuestos de poliéster macromolecular son en particular aquéllos que se basan en polietilenglicol tereftalatos.

10 Los materiales sintéticos hidrofóbicos pueden estar en la forma de estructuras con forma de lámina o hilo y pueden haber sido procesados por ejemplo en hilos o telas textiles tejidas o hiladas. Se da preferencia a los materiales textiles fibrosos, los cuales pueden estar presentes además en la forma de microfibras por ejemplo.

15 La coloración de acuerdo con el uso conforme la presente invención se puede efectuar de un modo convencional, con preferencia desde una dispersión acuosa, si fuera apropiado en presencia de vehículos, entre 80 hasta aproximadamente 110°C mediante el método exhausto o mediante el método HT en un autoclave de coloración a 110 hasta 140°C, y además mediante el método denominado termofijo en el cual la tela es acolchada con la lejía de coloración y a continuación se fija a aproximadamente 180 hasta 230°C.

20 La impresión de los materiales mencionados se puede llevar a cabo de una manera conocida per se incorporando los colorantes de la fórmula general (I) de la presente invención en una pasta de impresión y tratando la tela impresa con la misma a temperaturas entre 180 hasta 230°C con vapor HT, vapor de alta presión o calor seco, si fuera apropiado en presencia de un vehículo, para fijar el colorante.

25 Los colorantes de la fórmula general (I) de la presente invención deben estar en un estado muy fino de subdivisión cuando se utilizan en lejías de coloración, material de relleno o pastas de impresión.

30 Los colorantes se convierten al estado fino de subdivisión de una manera convencional suspendiendo el colorante fabricado de ese modo junto con dispersantes en un medio líquido, con preferencia en agua, y sometiendo la mezcla a la acción de fuerzas de corte para desmenuzar las partículas del colorante original hasta tal punto que se obtiene un área específica óptima y se minimiza la sedimentación del colorante. Esto se obtiene en molinos adecuados, tales como molinos de bola o arena. El tamaño de la partícula en general está entre 0,5 y 5 µm y con preferencia igual a aproximadamente 1 µm.

35 Los dispersantes utilizados en la operación de molturación pueden ser no iónicos o aniónicos. Los dispersantes no iónicos incluyen por ejemplo productos de reacción de óxidos de alquileo, por ejemplo óxido de etileno u óxido de propileno, con compuestos alquilables, por ejemplo alcoholes grasos, aminas grasas, ácidos grasos, fenoles, alquilfenoles y carboxamidas. Los dispersantes aniónicos son por ejemplo lignosulfonatos, alquil- o alquiarilsulfonatos o alquilaril poliglicol éter sulfatos.

40 Las preparaciones de colorantes que se obtienen de este modo se pueden verter para la mayoría de las aplicaciones. En consecuencia, el colorante y el contenido de dispersante son limitados en estos casos. En general, las dispersiones se ajustan a un contenido de colorante hasta 50 por ciento en peso y un contenido de dispersante hasta aproximadamente 25 por ciento en peso. Por razones económicas, los contenidos de colorante en muchos casos están por debajo del 15 por ciento en peso.

45 Las dispersiones además pueden contener incluso otros auxiliares, por ejemplo aquéllos que actúan como agentes de oxidación, por ejemplo m-nitrobencenosulfonato de sodio, o agentes fungicidas, por ejemplo o-fenilfenóxido de sodio y pentaclorofenóxido de sodio, y en particular los denominados "donantes de ácido", siendo ejemplos de éstos butirolactona, monocloroacetamida, cloroacetato de sodio, dicloroacetato de sodio, la sal de sodio del ácido 3-cloropropiónico, ésteres monosulfato tales como lauril sulfato por ejemplo, y además ésteres sulfúricos de alcoholes etoxilados y propoxilados, por ejemplo butilglicol sulfato.

50 Las dispersiones de coloración obtenidas de este modo son muy ventajosas para producir lejías de coloración y pastas de impresión.

55 Existen ciertos campos de uso donde las formulaciones en polvo son las preferidas. Estos polvos comprenden el colorante, los dispersantes y otros auxiliares, por ejemplo, agentes de humectación, oxidación, conservante y a prueba de polvos y los "donantes de ácido" antes mencionados.

60 Un método preferido para realizar preparaciones pulverulentas de colorantes consiste en separar las dispersiones de coloración líquidas antes descritas de su líquido, por ejemplo mediante secado al vacío, liofilización, mediante

secado sobre secadores de tambor, pero con preferencia mediante secado por aspersión.

Las lejías de coloración se producen diluyendo las cantidades requeridas de las formulaciones de coloración antes descritas con el medio de coloración, con preferencia agua, de modo que una relación de lejía de 5:1 a 50:1 se obtiene para coloración. Además, en general es habitual incluir otros auxiliares de coloración, tales como auxiliares de dispersión, humectación y fijación, en las lejías. Los ácidos orgánicos e inorgánicos tales como ácido acético, ácido succínico, ácido bórico y ácido fosfórico se incluyen para fijar un pH en el rango de 4 a 5, con preferencia 4,5. Es ventajoso amortiguar la configuración del pH y agregar una cantidad suficiente de un sistema de amortiguación. El sistema de ácido acético/acetato de sodio es un ejemplo de un sistema de amortiguación ventajoso.

Para utilizar el colorante o la mezcla de colorante en la impresión textil, las cantidades necesarias de las formulaciones de coloración antes mencionadas se amasan de manera convencional junto con los espesantes, por ejemplo alginatos de metal alcalino o similares, y si fuera apropiado otros aditivos, por ejemplo aceleradores de fijación, agentes humectantes y agentes oxidantes, para dar pastas de impresión.

La presente invención además provee tintas para impresión textil digital mediante el proceso de tinta a chorro, que comprende un colorante de la presente invención de la fórmula general (I).

Las tintas de la presente invención son preferentemente acuosas y comprenden una o más de los colorantes de la presente invención de la fórmula general (I), por ejemplo en proporciones de 0,1% a 50% en peso, con preferencia en proporciones de 1% a 30% en peso y con mayor preferencia en proporciones de 1% a 15% en peso sobre la base del peso total de la tinta.

Además comprenden en particular desde 0,1% a 20% en peso de un dispersante. Los dispersantes adecuados son conocidos para los expertos en la técnica, están disponibles en el comercio e incluyen por ejemplo ligninas sulfonadas o sulfometiladas, productos de condensación de ácidos sulfónicos aromáticos y formaldehído, productos de condensación de fenol sustituido o no sustituido y formaldehído, poliacrilatos y los copolímeros correspondientes, poliuretanos modificados y productos de reacción de óxidos de alquileo con compuestos alquilables, por ejemplo alcoholes grasos, aminas grasas, ácidos grasos, carboxamidas y fenoles sustituidos o no sustituidos.

Las tintas de la presente invención además pueden comprender aditivos habituales, por ejemplo moderadores de viscosidad para fijar las viscosidades en el rango de 1,5 a 40,0 mPas en un rango de temperatura de 20 a 50°C. Las tintas preferidas tienen una viscosidad en el rango de 1,5 a 20 mPas y en particular las tintas preferidas tienen una viscosidad en el rango de 1,5 a 15 mPas.

Los moderadores de viscosidad útiles incluyen aditivos reológicos, por ejemplo, polivinilcaprolactama, polivinilpirrolidona y además sus copolímeros, poliéterpolioliol, espesantes asociativos, poliurea, alginatos de sodio, galactomananos modificados, poliéterurea, poliuretano y éteres de celulosa no iónicos.

A modo de otros aditivos, las tintas de la presente invención pueden incluir sustancias tensioactivas para fijar las tensiones de la superficie en el rango de 20 a 65 mN/m, las cuales dependen si se adaptan en forma apropiada al proceso utilizado (tecnología térmica o piezo).

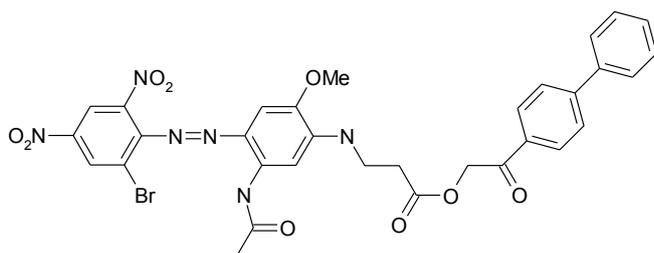
Las sustancias tensioactivas útiles incluyen por ejemplo tensioactivos de cualquier clase, con preferencia tensioactivos no iónicos, butildiglicol y 1,2 hexanodiol.

Las tintas además pueden incluir aditivos usuales, por ejemplo especies químicas para inhibir el desarrollo fúngico y bacteriano en proporciones desde 0,01% a 1% en peso sobre la base del peso total de la tinta.

Las tintas de la presente invención se pueden preparar en forma convencional mezclando los componentes en agua.

### Ejemplo 1

Se suspenden 66,2 g de 6-bromo-2,4-dinitroanilina en 185 ml de ácido acético a temperatura ambiente. Se agregan 7,5 ml de ácido sulfúrico (96%) con leve enfriamiento. Se agregan 45 ml de ácido nitrosilsulfúrico (40%) gota a gota a 15-20°C. La mezcla se agita a continuación a 15-20°C durante una hora. La solución de sal diazonio obtenida de este modo se agrega gota a gota a una mezcla de 111,6 g de 3-(5-acetilamino-2-metoxifenilamino)propionato 2-bifenil-4-il-2-oxoetilo, 1 litro de acetona y 10 g de urea a 5-10°C en el curso de una hora. Esto es seguido de agitación durante una hora, diluyendo con 500 ml de agua, filtrando con succión, lavando con agua y secando para dejar 86 g del colorante de la fórmula (Ia)



(lab)

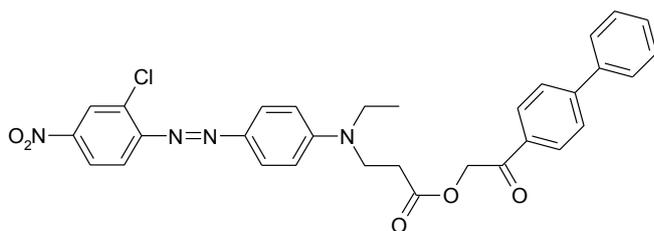
( $\lambda_{\text{máx}}$  [DMF] = 594 nm) lo cual produce sombras de color azul que tienen buena solidez al lavado y solidez a la sublimación sobre poliéster.

5

### Ejemplo 2

Se agitan 51,6 g de 2-cloro-4-nitroanilina con 100 ml de agua y 85 ml de ácido clorhídrico (30%) a temperatura ambiente durante 18 horas. Después de los agregados de 160 g de hielo, se agregan 40 ml de solución de nitrilo (53 g/litro) durante 1 - 2 minutos. La mezcla se agita a continuación a no más de 5°C durante 2 horas y el exceso de nitrilo se destruye a continuación con ácido amidosulfónico. La solución de sal diazonio obtenida de este modo se agrega gota a gota a una solución de 116,3 g de 3-(etilfenilamino)propionato 2-bifenil-4-il-2-oxoetilo en 1,4 litros de acetona a 0-5°C en el curso de una hora. La mezcla se agita a continuación a 5-10°C durante 18 horas y se vierte sobre 6,5 litros de agua. El precipitado se filtra con succión, se lava con agua y se seca para dejar 167 g del colorante de la fórmula (lac)

15



(lac)

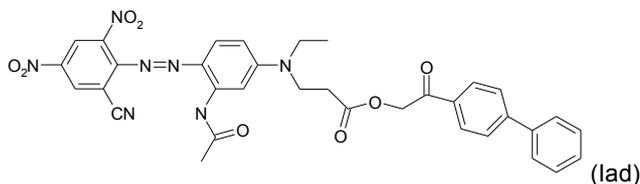
( $\lambda_{\text{máx}}$  [DMF] = 514 nm) lo cual produce sombras de color rojo que tienen buena solidez al lavado y solidez a la sublimación sobre poliéster.

20

### Ejemplo 3

Se agitan 14,3 g de 3-[[3-acetilamino-4-bromo-4,6-dinitrofenilazo]fenil]etilamino}propionato 2-bifenil-4-il-2-oxoetilo y 1,9 g de cianuro de cobre(I) en 80 ml de N-metilpirrolidona a 100°C durante 2 horas. Después del enfriamiento, se agregan 250 ml de metanol gota a gota al lote. El precipitado se filtra con succión, y se lava con un poco de metanol y agua. El sólido humedecido en agua se agita en 150 ml de ácido clorhídrico (10%) durante una hora, se filtra con succión y se lava con agua. El secado bajo presión reducida deja 8,8 g del colorante de la fórmula (lad)

25



(lad)

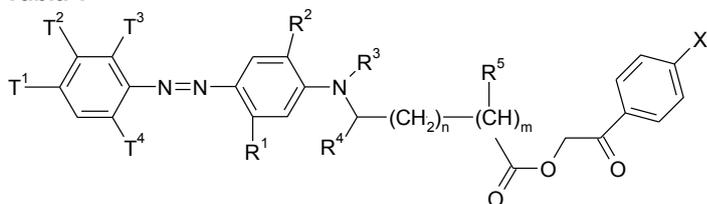
30

( $\lambda_{\text{máx}}$  [DMF] = 602 nm) lo cual tiñe el poliéster en sombras de color azul brillante y tiene buena solidez al lavado y excelente solidez a la sublimación.

Los compuestos de los Ejemplos 4 a 45 en la Tabla 1 se prepararon en forma similar a los procesos que se describen en los Ejemplos 1 a 3.

35

Tabla 1



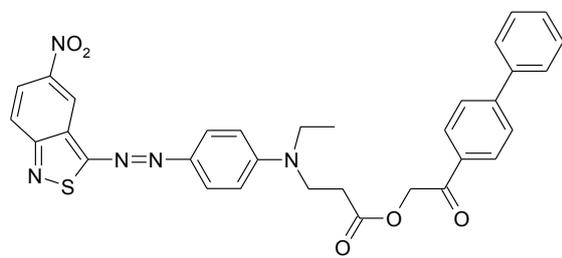
Ejemplo	T <sup>1</sup>	T <sup>2</sup>	T <sup>3</sup>	T <sup>4</sup>	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>3</sup>	R <sup>4</sup>	R <sup>5</sup>	n	m	X	$\lambda_{\text{máx}}$ (nm) DMF
4	NO <sub>2</sub>	H	Br	NO <sub>2</sub>	NHCOCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	604
5	NO <sub>2</sub>	H	Cl	NO <sub>2</sub>	NHCOCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	604
6	NO <sub>2</sub>	H	H	NO <sub>2</sub>	NHCOCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	582
7	NO <sub>2</sub>	H	Br	NO <sub>2</sub>	NHCOCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	0	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	590
8	NO <sub>2</sub>	H	Cl	NO <sub>2</sub>	NHCOCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	H	H	H	2	0	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	600
9	NO <sub>2</sub>	H	Cl	NO <sub>2</sub>	NHCOCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	598
10	NO <sub>2</sub>	H	Cl	NO <sub>2</sub>	NHCOCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	600
11	NO <sub>2</sub>	H	Cl	NO <sub>2</sub>	NHCOCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	H	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	594
12	NO <sub>2</sub>	H	Br	NO <sub>2</sub>	NHCOCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	H	H	H	0	1	OC <sub>5</sub> H <sub>5</sub>	594
13	NO <sub>2</sub>	H	Cl	NO <sub>2</sub>	NHCOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	OCH <sub>3</sub>	H	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	594
14	NO <sub>2</sub>	H	Br	CN	NHCOCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	H	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	624
15	NO <sub>2</sub>	H	Cl	NO <sub>2</sub>	NHCOCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	596
16	NO <sub>2</sub>	H	Cl	NO <sub>2</sub>	NHCOCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	H	H	CH <sub>3</sub>	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	592
17	NO <sub>2</sub>	H	H	NO <sub>2</sub>	NHCOCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	548
18	NO <sub>2</sub>	H	Cl	NO <sub>2</sub>	NHCOCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	560
19	NO <sub>2</sub>	H	CN	NO <sub>2</sub>	NHCOCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	0	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	584
20	NO <sub>2</sub>	H	Br	NO <sub>2</sub>	NHCOCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	558
21	NO <sub>2</sub>	H	H	CN	NHCOCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	552
22	NO <sub>2</sub>	H	Br	CN	NHCOCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	584
23	NO <sub>2</sub>	H	H	Cl	NHCOCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	534
24	NO <sub>2</sub>	H	H	Cl	NHCOCH <sub>3</sub>	H	n-butyl	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	534
25	NO <sub>2</sub>	H	H	H	NHCOCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	514
26	NO <sub>2</sub>	H	H	H	NHCOCH <sub>3</sub>	Cl	H	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	450
27	NO <sub>2</sub>	H	H	CN	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	548
28	NO <sub>2</sub>	H	H	Cl	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	524
29	NO <sub>2</sub>	H	Cl	Cl	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	462
30	NO <sub>2</sub>	H	Br	Cl	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	460
31	NO <sub>2</sub>	H	CN	CN	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	598
32	NO <sub>2</sub>	H	CN	CN	CH <sub>3</sub>	H	n-butyl	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	600
33	NO <sub>2</sub>	H	Br	CN	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	560
34	NO <sub>2</sub>	H	H	CN	H	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	536
35	NO <sub>2</sub>	H	H	CN	H	H	n-propilo	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	538
36	NO <sub>2</sub>	H	Cl	Cl	H	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	442
37	NO <sub>2</sub>	H	Br	Cl	H	HI	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	440
38	NO <sub>2</sub>	H	H	H	H	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	488
39	NO <sub>2</sub>	H	H	H	H	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	0	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	476
40	NO <sub>2</sub>	H	H	CN	H	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	0	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	522
41	NO <sub>2</sub>	H	H	Cl	H	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	OC <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	514
42	NO <sub>2</sub>	H	H	H	H	Cl	H	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	452
43	NO <sub>2</sub>	Cl	H	Cl	H	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	510
44	H	NO <sub>2</sub>	H	H	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	452
45	CH <sub>3</sub>	H	CN	CN	NHCOCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	H	0	1	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	532

## Ejemplo 46

- 5 Se introducen 6,5 g de 3-amino-5-nitrobenzotiazol en una mezcla de 16,6 ml de ácido sulfúrico (96%) y 6 ml de ácido fosfórico (85%). A continuación, se agregan 6,9 ml de ácido nitrosilsulfúrico (40%) gota a gota a 10 a 15°C. La

mezcla se agita a continuación a 10 a 15°C durante 4 horas. La solución de sal diazonio obtenida de este modo se agrega gota a gota en forma expeditiva a una mezcla de 12,9 g de 3-(etilfenilamino)propionato 2-bifenil-4-il-2-oxoetilo, 250 ml de acetona, 1,7 g de urea a 0 - 5°C. Esto es seguido de agitación a temperatura ambiente durante toda la noche, filtrando con succión y lavando con metanol y a continuación con agua y secando para dejar 13,7 g del colorante de la fórmula (Ibb)

5

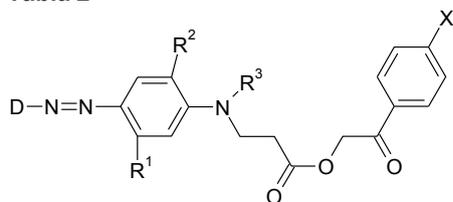


(Ibb)

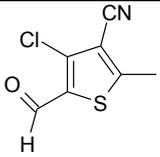
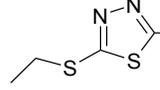
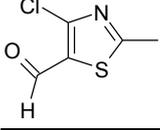
10 ( $\lambda_{\text{máx}}$  [DMF] = 604 nm) lo cual tiñe el poliéster en sombras de color azul y tiene muy buena solidez al lavado y solidez a la sublimación.

Los compuestos de los Ejemplos 47 a 55 en la Tabla 2 se prepararon en forma similar a los procesos que se describen en el Ejemplo 46.

15 **Tabla 2**



<b>Ejemplo</b>	<b>D</b>	<b>R<sup>1</sup></b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>3</sup></b>	<b>X</b>	<b><math>\lambda_{\text{máx}}</math> [DMF]</b>
<b>47</b>		<b>H</b>	<b>H</b>	<b>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub></b>	<b>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub></b>	<b>650</b>
<b>48</b>		<b>H</b>	<b>H</b>	<b>CH<sub>3</sub></b>	<b>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub></b>	<b>602</b>
<b>49</b>		<b>CH<sub>3</sub></b>	<b>H</b>	<b>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub></b>	<b>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub></b>	<b>618</b>
<b>50</b>		<b>NHCOCH<sub>3</sub></b>	<b>Cl</b>	<b>H</b>	<b>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub></b>	<b>594</b>
<b>51</b>		<b>NHCOCH<sub>3</sub></b>	<b>H</b>	<b>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub></b>	<b>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub></b>	<b>594</b>
<b>52</b>		<b>NHCOCH<sub>3</sub></b>	<b>H</b>	<b>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub></b>	<b>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub></b>	<b>642</b>

<b>53</b>		<u>H</u> <u>NCOCH<sub>3</sub></u>	<u>H</u>	<u>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub></u>	<u>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub></u>	<b>648</b>
<b>54</b>		<u>CH<sub>3</sub></u>	<u>H</u>	<u>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub></u>	<u>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub></u>	<b>520</b>
<b>55</b>		<u>NHCOCH<sub>3</sub></u>	<u>OCH<sub>3</sub></u>	<u>CH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub></u>	<u>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub></u>	<b>600</b>

**Ejemplo 56**

5 Una tela textil que consiste de poliéster es acolchada con una lejía que consiste de 50 g/litro de solución de alginato de sodio al 8%, 100 g/litro de solución de éter de goma garrofín al 8-12% y 5 g/litro de fosfato monosódico en agua y a continuación se seca. El aflujo húmedo es 70%.

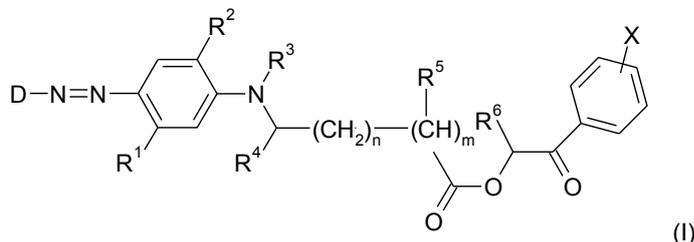
La tela pretratada de este modo se imprime a continuación con una tinta acuosa preparada de acuerdo con el procedimiento descrito anteriormente y que contiene

10 3,5% del colorante del Ejemplo 1,  
2,5% del dispersante Disperbyk 190,  
30% de 1,5-pentanodiol,  
5% de dietilenglicol monometil éter,  
0,01% de Mergal K9N biocida, y

15 58,99% de agua  
utilizando un cabezal de impresión de tinta a chorro (piezo) con descenso del cabezal de impresión. La impresión se seca por completo. La fijación se efectúa por medio de vapor súper calentado a 175°C durante 7 minutos. A continuación la impresión se somete a un aclaramiento de reducción alcalina, se enjuaga tibia y se seca.

REIVINDICACIONES

1. Un colorante de la fórmula general (I)



5

donde

D es el residuo de un componente diazo,

R<sup>1</sup> es hidrógeno, alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>), alcoxi (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>), hidroxilo, halógeno, NHCHO, -NHCOalquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>) o -NH<sub>2</sub>SOalquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>);

10

R<sup>2</sup> es hidrógeno, alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>), alcoxi (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>) o halógeno;

R<sup>3</sup> es hidrógeno, alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>), alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>),

alqueno (C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>) o alqueno (C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>) sustituido

o R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> se combinan para formar el radical -C\*(H)(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-, donde el átomo de carbono marcado \*se une al núcleo de fenilo;

15

R<sup>4</sup> es hidrógeno o alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>);

R<sup>5</sup> es hidrógeno o alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>);

R<sup>6</sup> es hidrógeno o alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>);

X es fenilo, tiofenilo, sulfonilfenilo o fenoxi;

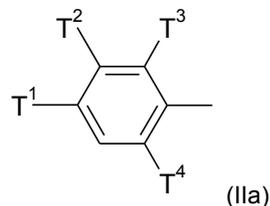
20

n es 0, 1, o 2; y

m es 0 o 1.

2. El colorante de acuerdo con la reivindicación 1 donde D representa un grupo de la fórmula (IIa)

25



donde

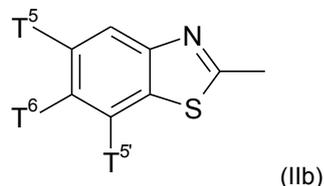
T<sup>1</sup> y T<sup>2</sup> son independientemente hidrógeno, halógeno, alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>), alcoxi (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>), ciano, -SO<sub>2</sub>alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>) o nitro; y

30

T<sup>4</sup> and T<sup>3</sup> son independientemente hidrógeno, halógeno, trifluorometilo, ciano, -SO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>, -SCN o nitro;

con la condición que al menos uno de T<sup>1</sup>, T<sup>2</sup>, T<sup>3</sup> y T<sup>4</sup> no sea hidrógeno;

o representa un grupo de la fórmula (IIb)



35

donde

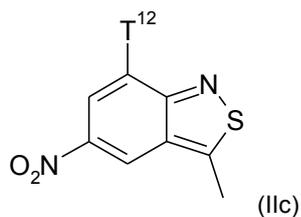
T<sup>5</sup> and T<sup>5</sup> son independientemente hidrógeno o halógeno; y

T<sup>6</sup> es hidrógeno, -SO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>, -SCN, alcoxi (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>), halógeno, ciano o nitro;

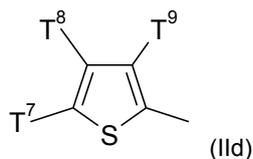
40

con la condición que al menos uno de T<sup>5</sup>, T<sup>5</sup> y T<sup>6</sup> no sea hidrógeno;

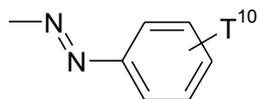
o representa un grupo de la fórmula (IIc)



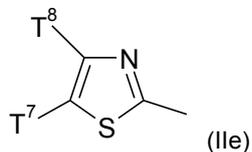
- donde  
 5 T<sup>12</sup> es hidrógeno o halógeno;  
 o representa un grupo de la fórmula (IIc)



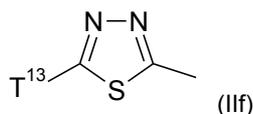
- donde  
 10 T<sup>7</sup> es nitro, -CHO, -COCH<sub>3</sub>, ciano o un grupo de la fórmula



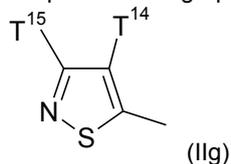
- donde T<sup>10</sup> es hidrógeno, halógeno, nitro o ciano;  
 15 T<sup>8</sup> es hidrógeno, alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>), fenilo o halógeno; y  
 T<sup>9</sup> es nitro, ciano, -COCH<sub>3</sub> o -COOT<sup>11</sup>; donde T<sup>11</sup> es alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>);  
 o representa un grupo de la fórmula (IIe)



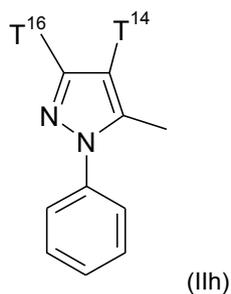
- donde T<sup>7</sup> y T<sup>8</sup> son cada uno de ellos como se definieron anteriormente;  
 20 o representa un grupo de la fórmula (IIf)



- donde T<sup>13</sup> es fenilo o alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>);  
 25 o representa un grupo de la fórmula (IIg)

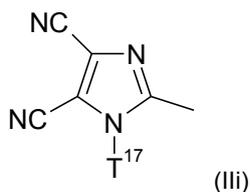


- donde T<sup>14</sup> es ciano o -COCH<sub>3</sub> o -COOT<sup>11</sup>, donde T<sup>11</sup> es alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>); y T<sup>15</sup> es fenilo o alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>);  
 30 o representa un grupo de la fórmula (IIh)



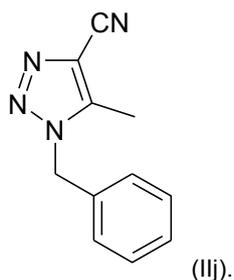
donde T<sup>14</sup> es como se definió anteriormente y T<sup>16</sup> es alquilo (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>);  
o representa un grupo de la fórmula (Ili)

5



donde T<sup>17</sup> es cianometilo, bencilo o alilo;

10 o representa un grupo de la fórmula (Iij)



3. El colorante de acuerdo con la reivindicación 1 y/o 2 donde

15 R<sup>1</sup> es hidrógeno, cloro, metilo, etilo, hidroxilo, metoxi, etoxi, acetilamino, propionilamino, metilsulfonilamino o etilsulfonilamino;

R<sup>2</sup> es hidrógeno, cloro, metilo, etilo, metoxi, o etoxi;

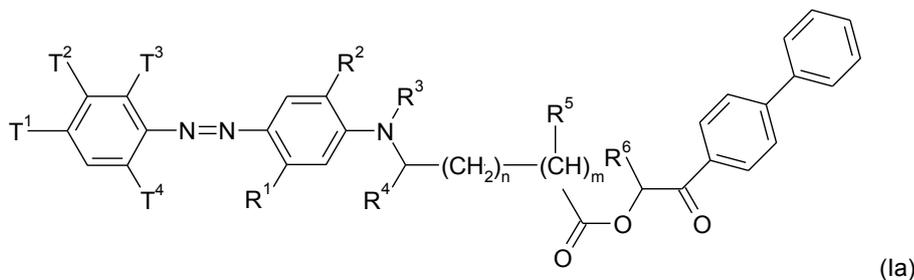
R<sup>3</sup> es hidrógeno, metilo, etilo, propilo, butilo, metoxietilo, cianoetilo, C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>OCOCH<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>OCOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>COOCH<sub>3</sub>,  
C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>COOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub> o alilo.

20 R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup> y R<sup>6</sup> son cada uno de ellos metilo o hidrógeno;

X es fenilo o fenoxi; y

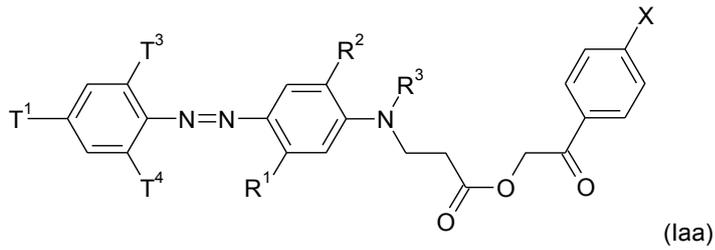
m y n son cada uno de ellos 0 o 1.

251. 4. El colorante de acuerdo con la reivindicación 1 y/o 2 que se ajusta a la fórmula (Ia)



donde T<sup>1</sup> a T<sup>4</sup>, R<sup>1</sup> a R<sup>6</sup>, X, m y n son cada uno de ellos como se definen en la reivindicación 1.

30 5. El colorante de acuerdo con la reivindicación 4 que se ajusta a la fórmula (Iaa)



donde

T<sup>1</sup> es nitro;

5 T<sup>3</sup> es hidrógeno, ciano, cloro o bromo;

T<sup>4</sup> es hidrógeno, ciano, nitro, cloro, bromo o trifluorometilo;

R<sup>1</sup> es hidrógeno, cloro, hidroxilo, metilo, acetilamino o propionilamino;

R<sup>2</sup> es hidrógeno, cloro, metilo o metoxi;

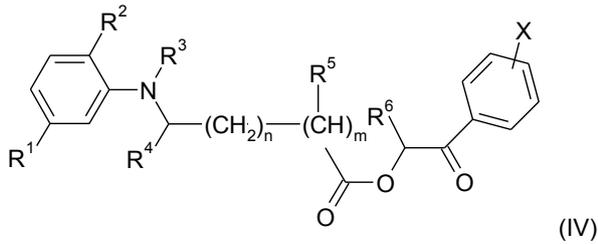
R<sup>3</sup> es hidrógeno, metilo, etilo, butilo o alilo; y

10 X es fenilo o fenoxi.

6. Un proceso para preparar un colorante de la fórmula general (I), el cual comprende un compuesto de la fórmula general (III)

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

15 donde D es como se definió en la reivindicación 1, se diazotiza y se acopla a un compuesto de la fórmula (IV)



donde R<sup>1</sup> a R<sup>6</sup>, X, m y n son cada uno de ellos como se definieron en la reivindicación 1.

20

7. El uso de un colorante de la fórmula general I de acuerdo con la reivindicación 1 para colorear e imprimir materiales hidrofóbicos.

25 8. Una tinta para impresión textil digital mediante el proceso de tinta a chorro, que comprende un colorante de la fórmula general (I) de acuerdo con la reivindicación 1.