

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 443 028**

51 Int. Cl.:

C07D 213/77 (2006.01)

C09B 35/031 (2006.01)

C09D 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.05.2009 E 09160245 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.10.2013 EP 2258685**

54 Título: **Compuestos bisazo**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
17.02.2014

73 Titular/es:

CLARIANT FINANCE (BVI) LIMITED (100.0%)
Citco Building Wickhams Cay P.O. Box 662
Road Town, Tortola, VG

72 Inventor/es:

NUSSER, RAINER;
GEIGER, ULRICH y
HASEMANN, LUDWIG

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 443 028 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).

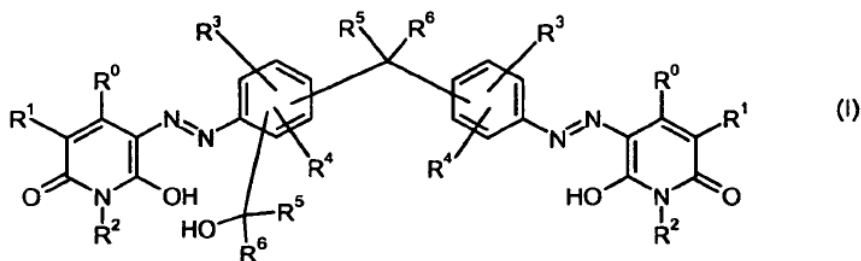
DESCRIPCIÓN

Compuestos bisazo

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

- 5 Los colorantes ácidos son conocidos y también son conocidos los colorantes con miembros que sirven de puente. Sin embargo, aún subsiste una necesidad por colorantes ácidos con propiedades mejoradas.

De acuerdo con la invención se proporcionan compuestos de fórmula (I)



en donde

- 10 R^0 significa metilo,
 R^1 significa $-\text{CH}_2\text{-SO}_3\text{H}$,
 R^2 significa etilo,
 R^3 significa H, un grupo sulfo, un grupo alquilo no sustituido de 1 a 2 átomos de carbono, un grupo alcoxi no sustituido de 1 a 2 átomos de carbono,
15 R^4 significa H, un grupo alquilo no sustituido de 1 a 2 átomos de carbono, un grupo alcoxi no sustituido de 1 a 2 átomos de carbono,
 R^5 significa H, o un grupo alquilo no sustituido de 1 a 9 átomos de carbono,
 R^6 significa H, un grupo alquilo no sustituido de 1 a 9 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o R^5 y R^6 forman juntos un anillo ciclo alifático de cinco o seis miembros, en donde los anillos de cinco o seis miembros están sustituidos por un grupo alquilo de 1 a 4 átomos de carbono o los anillos de cinco o seis miembros no están sustituidos adicionalmente, los compuestos de fórmula (I) cuentan al menos con un sustituyente aniónico, siendo al menos un sustituyente aniónico un grupo sulfo.
- 20

- De preferencia, la suma de los átomos de carbono de R^5 y R^6 juntos es al menos de 4 átomos de carbono, más preferiblemente R^5 y R^6 tienen juntos al menos 5 átomos de carbono. Incluso más preferiblemente, la suma de átomos de carbono de R^5 y R^6 juntos es de 5 o 6 o 7 u 8 o 9 átomos de carbono.
- 25

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

Al menos un sustituyente aniónico en los compuestos de fórmula (I) se ubica de preferencia en uno de los sustituyentes R^1 y/o R^3 .

- 30 Los grupos alquilo son lineales o ramificados. 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.

En compuestos preferidos de la fórmula general (I)

R^0 significa un grupo metilo,

R¹ significa -CH₂-SO₃H,

R² significa un grupo etilo,

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

R⁴ significa H, un grupo metilo o uno metoxi,

5 R⁵ significa H, un grupo metilo o uno etilo,

R⁶ significa un grupo alquilo no sustituido de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o R⁵ y R⁶ forman juntos un anillo ciclo alifático de seis miembros, en donde los anillos de seis miembros no están sustituidos adicionalmente.

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

10 R⁰ significa un grupo metilo,

R¹ significa un grupo -CH₂-SO₃H,

R² significa un grupo etilo,

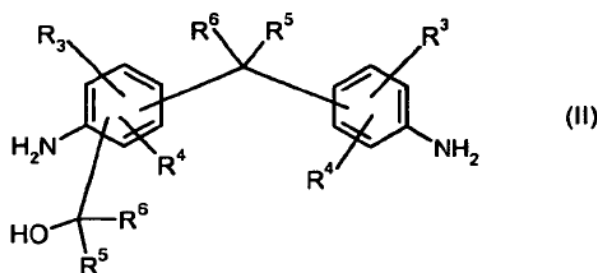
R³ significa H, un grupo metilo, metoxi o sulfo, preferiblemente H, metilo,

R⁴ significa H, un grupo metilo o uno metoxi

15 R⁵ significa H,

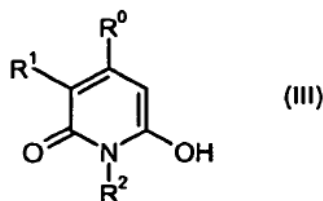
R⁶ significa un grupo arilo no sustituido, preferiblemente un grupo arilo no sustituido en donde el grupo arilo es un grupo fenilo.

La presente invención proporciona además un proceso para la preparación de compuestos de fórmula (I) que comprende hacer reaccionar la sal de bis-diazonio de una di-amina de fórmula (II),



20

con dos equivalentes del compuesto de fórmula (III).



en donde R⁰, R¹, R², R³, R⁴, R⁵ y R⁶ son como se definió anteriormente.

25 La diazotización y el acoplamiento pueden llevarse a cabo de acuerdo con métodos convencionales. La reacción de acoplamiento se lleva a cabo convenientemente en un medio de reacción acuoso en un rango de temperatura de 0 - 60 °C, preferiblemente a 0 - 40 °C, más preferiblemente a 0 - 10 °C, incluso más preferiblemente a 0 - 5 °C y en un

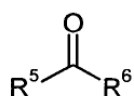
rango de pH de 2 a 9, preferiblemente en un pH de 3 a 6. Todas las temperaturas se dan en grados Celsius.

Las mezclas de reacción que comprenden los compuestos de la fórmula (I) así obtenidos pueden convertirse en formulaciones líquidas estables con estabilidad mejorada a largo plazo por desalinización mediante ultrafiltración.

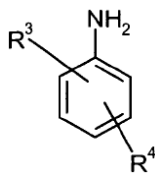
Los compuestos de fórmula (I) así obtenidos pueden aislarse de acuerdo con métodos conocidos.

5 Los compuestos de partida, las aminas de fórmula (II) y de compuestos de fórmula (III), son o bien conocidos o pueden prepararse de acuerdo con métodos conocidos a partir de materiales de partida disponibles. Los métodos adecuados se describen por ejemplo en los documentos DE399149; DE505475; DE1220863; DE1793020 (GB1 129306), DE3226889, DE4014847.

10 Sin embargo, las aminas novedosas de acuerdo con la fórmula (II) pueden prepararse de acuerdo con los métodos descritos en DE399149; DE505475; DE1220863; DE1793020 (GB1129306), DE3226889, DE4014847, partiendo así de aldehídos (cuando R₅ es H y R₆ es diferente de H) de la fórmula

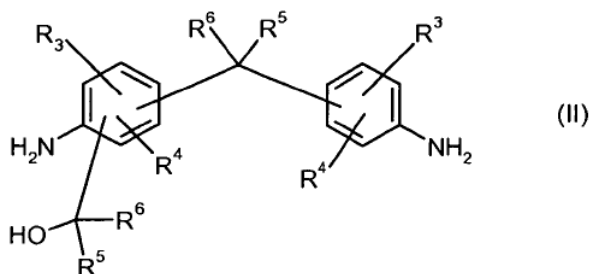


por reacción a temperatura elevada y presión elevada bajo condiciones ácidas con dos equivalentes de una amina aromática de la fórmula



15

formando la diamina de la fórmula (II)



20

La mezcla de reacción se calienta en un autoclave cerrado a 120 °C - 250 °C, preferiblemente 140 °C - 200 °C, más preferiblemente 140 °C a 150 °C, la mezcla de reacción se mantiene a esta temperatura durante 3 - 8 horas, preferiblemente durante 4 - 5 horas. La elevada temperatura conduce en este autoclave cerrado a una presión elevada. Alternativamente, puede llevarse a cabo la síntesis en la mezcla fundida del clorhidrato del compuesto amino agregando el aldehído a temperatura elevada de 200 a 250 °C y la presión es presión atmosférica.

25

Los colorantes de la fórmula (I) pueden aislarse del medio de reacción mediante procedimientos convencionales, por ejemplo mediante la remoción de sales con una sal de metal alcalino, filtración y secado, si es adecuado bajo presión reducida y a temperatura elevada.

30

Dependiendo de las condiciones de reacción y / o de aislamiento, se pueden obtener los colorantes de la fórmula (I) como un ácido libre, como una sal, o como una sal mixta que contiene por ejemplo uno o más cationes seleccionados de iones de metal alcalino, por ejemplo el ion de sodio, o un ion de amonio o un catión de alquilamonio, por ejemplo cationes de mono, di o trimetil o etilamonio. El colorante puede convertirse mediante técnicas convencionales del ácido libre en una sal o en una sal mixta o viceversa o de una forma de sal en otra. Si se desea, los colorantes pueden purificarse adicionalmente mediante diafiltración, en cuyo caso se separan las sales no deseadas y los subproductos de la síntesis del colorante aniónico sin procesar.

La remoción de sales no deseadas y de los subproductos de la síntesis y la remoción parcial de agua de la solución

de colorante sin procesar se lleva a cabo por medio de una membrana semipermeable mediante la aplicación de presión con la cual se obtiene el colorante sin las sales y los subproductos no deseados de la síntesis como una solución, y si es necesario, como un cuerpo sólido en una forma convencional.

5 Los colorantes de la fórmula (I) y sus sales son particularmente adecuadas para teñir o imprimir material orgánico que consiste en poliamidas naturales o sintéticas en tonos amarillo a amarillo verdoso. Los colorantes de la fórmula (I) y sus sales son adecuadas para producir tintas para impresión por inyección de tinta y para utilizar estas tintas para impresión por inyección de tinta para imprimir material fibroso que consiste en poliamidas naturales o sintéticas o celulosa (papel por ejemplo).

10 Por consiguiente, la invención proporciona a partir de otro aspecto el uso de los colorantes de la fórmula (I), sus sales y mezclas para la coloración y/o impresión de materiales fibrosos que consisten de poliamidas naturales o sintéticas. Un aspecto adicional es la producción de tintas de impresión por inyección de tinta y su uso para imprimir materiales fibrosos que consisten de poliamidas naturales o sintéticas.

15 La coloración se lleva a cabo de acuerdo con procesos conocidos, véase por ejemplo el proceso de coloración descrito 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, paginas 535 - 556 y 566 - 574. Se da preferencia a la coloración en el proceso de agotamiento a una temperatura de 30 a 140 °C, más preferiblemente de 80 a 120 °C y más preferiblemente a una temperatura de 80 a 100 °C y en una relación de licor en el rango de 3:11 a 40:1.

20 El sustrato que va a ser teñido puede estar presente en la forma de un hilo, tela no tejida, tejido de punto formador de bucles o alfombra, por ejemplo. Colorantes completamente desarrollados son incluso posibles en forma permanente en sustratos delicados, por ejemplo lana de cordero, cachemir, alpaca y mohair. Los colorantes de la invención son particularmente útiles para teñir fibras de denier fino (microfibras).

25 Los colorantes de acuerdo con la presente invención y sus sales son altamente compatibles con colorantes ácidos conocidos. En consecuencia, los colorantes de la fórmula (I), sus sales o mezclas pueden utilizarse solos en un procedimiento de teñido o impresión o además como componentes en una composición para impresión o coloración de combinación de tonos junto con otros colorantes ácidos de la misma clase, es decir, con colorantes ácidos que tienen propiedades de teñido comparables, por ejemplo propiedades de firmeza del color e índices de agotamiento del baño de colorante en el sustrato. Los colorantes de la presente invención pueden utilizarse en particular junto con ciertos otros colorantes que tienen cromóforos adecuados. La relación en la que están presentes los colorantes en un teñido de tonos de combinación o composición de impresión se dicta mediante el matiz que se va a obtener.

30

35 Los colorantes novedosos de la fórmula (I), como se estableció anteriormente, son muy útiles para teñir poliamidas naturales o sintéticas, es decir, lana, seda y todos los tipos de nailon, en cada uno de los cuales se obtienen coloraciones que tienen un alto nivel de firmeza del color, especialmente buena firmeza del color a la luz y buena firmeza del color con la humedad (lavado, transpiración alcalina). Los colorantes de la fórmula (I) y sus sales tienen un alto índice de agotamiento. La capacidad de los colorantes de la fórmula (I) y sus sales de concentrarse es también muy buena. Los teñidos de un tono en los sustratos identificados son de extraordinaria calidad. Además, todos los teñidos tienen un matiz constante bajo luz artificial. Adicionalmente, la firmeza del color a la descomposición y a la ebullición es buena.

40 Una ventaja decisiva de los colorantes novedosos es que están libres de metales y proporcionan teñidos muy uniformes.

45 Los compuestos de acuerdo con la invención pueden utilizarse como colorantes individuales o además, debido a su buena compatibilidad, como un elemento de combinación con otros colorantes de la misma clase que tienen propiedades de teñido comparables, por ejemplo con respecto a la firmeza general del color, valor de agotamiento, etc. Los colorantes de tonos de combinación obtenidos tienen una firmeza similar para tinciones con el tinte individual.

Los colorantes de la invención de la fórmula (I) también pueden utilizarse como componentes amarillos en teñido o impresión con tres colores. El teñido o la impresión con tres colores puede utilizar todos los procesos de teñido e impresión habituales y conocidos, tales como por ejemplo, el proceso continuo, el proceso de agotamiento, el proceso de teñido con espuma y el proceso de inyección de tinta.

50 La composición de los componentes de tinte individual en la mezcla colorante de tres colores utilizada en el proceso de la invención depende del matiz deseado. Un matiz marrón por ejemplo utiliza preferiblemente 20 - 40 % en peso de un componente amarillo, 40 - 60 % en peso del componente anaranjado o rojo de la invención y 10 - 20 % en peso de un componente azul.

El componente amarillo, como se describió anteriormente, puede consistir de un solo componente o de una mezcla de diferentes componentes individuales anaranjados de acuerdo con la fórmula (I). Se da preferencia a las combinaciones dobles y triples.

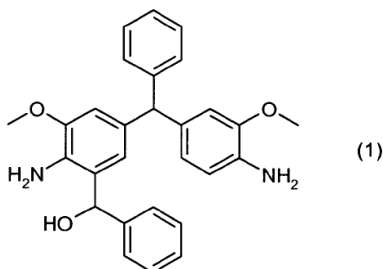
5 Los componentes rojo y / o azul particularmente preferidos se describen en los documentos WO 2002/46318 o WO 99/51681, respectivamente.

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

Ejemplo 1: (método A)

10 Se calentaron 106 g de benzaldehído (1 mol), 123 g de o-anisidina (1 mol), 115 g de ácido clorhídrico (aproximadamente al 30%) y 300 ml de agua en un autoclave a 140 °C durante 6 horas.

Se vertió la mezcla de reacción en 1 kg de hielo y 135 g de solución de hidróxido de sodio (30%). Se separó la capa orgánica y se separó el exceso de o-anisidina con tolueno. Se recristalizó el residuo a partir del tolueno y se lavó la torta de prensa con alcohol frío. Se obtuvo un compuesto de la fórmula (1):



15

Ejemplo 2: (método B)

Se funden 130 g (1 mol) de clorhidrato de anilina en un matraz de reacción de 0,5 L bajo atmósfera de nitrógeno a 220 °C y se agregan lentamente 100 g (1 mol) de 2-Etilbutiraldehído a la misma mientras se agita durante un período de 4 horas.

20 La temperatura del fundido cae desde inicialmente aproximadamente 200 °C a 185 °C debido al reflujo. Se mantiene la temperatura durante una hora a 185 °C y se vierte el fundido caliente sobre una mezcla de 1,6 kg de hielo y 1,05 kg de solución de hidróxido de sodio (30%)

Se separa la capa orgánica y se la lava liberándola de la sal con agua desmineralizada.

25 Se recristalizó el residuo a partir de tolueno y se lava la torta de prensa con etanol frío. Se obtuvo un compuesto de la fórmula (2):

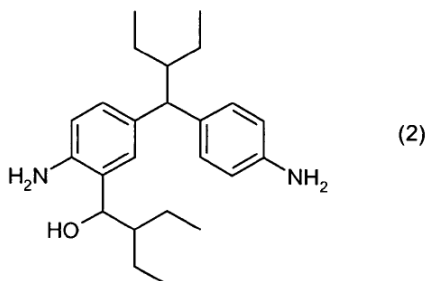
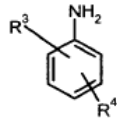



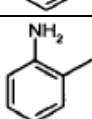
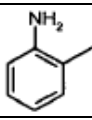
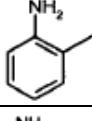
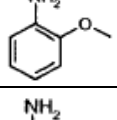
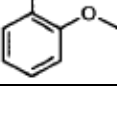


Tabla 1: Síntesis de las aminas partiendo de los aldehídos

No.		R ⁵	R ⁶
3		H	CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃
4		H	CH ₂ CH(CH ₃) ₂
5		H	CH(CH ₃)CH ₂ CH ₃
6		H	CH(CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃
7		H	(CH ₂) ₅ CH ₃
8		H	(CH ₂) ₄ CH ₃
9		H	CH(CH ₂ CH ₃)(CH ₂) ₃ CH ₃
10		H	(CH ₂) ₆ CH ₃
11		H	(CH ₂) ₇ CH ₃
12		H	(CH ₂) ₈ CH ₃
13		H	CH ₂ -Ph
14		H	Ph

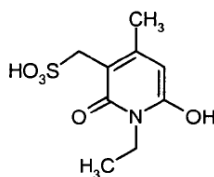
(continuación)

No.		R ⁵	R ⁶
15 Referencia		H	4- Ph-CH ₃
16 Referencia		H	4- Ph-CH(CH ₃) ₂
17 Referencia		H	4- Ph-t-Bu
18		H	CH ₂ CH(CH ₃) ₂
19		H	CH(CH ₂ CH ₃) ₂
20		H	Fenilo
21		H	CH(CH ₂ CH ₃) ₂
22		H	CH(CH ₂ CH ₃)(CH ₂) ₃ CH ₃

Ejemplo 23

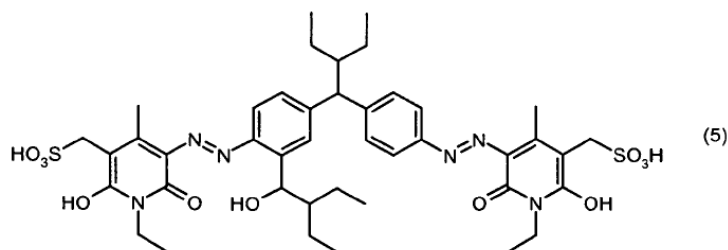
5

Se diazotizan 36,8 partes (0,1 moles) de la amina del ejemplo 2 de acuerdo con los 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 (aproximadamente al 30%). Se añaden 49,4 partes (0,2 mol) de un compuesto de la fórmula



10

disueltas en 250 partes de agua durante 30 minutos a la solución tetrazotizada enfriada en hielo. Mediante la adición de una solución de NaOH al 30%, se lleva el pH a 3 - 4,5 produciendo un colorante de fórmula (5) y el colorante está en solución. λ máx. = 449 nm.



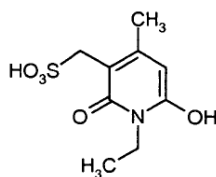
Se puede aislar el colorante por concentración al vacío o por precipitación en acetona/alcohol.

- 5 Sin embargo, se puede utilizar la mezcla de reacción directamente para coloración sin aislar el producto. El colorante de fórmula (5) tiene sorprendentemente una solubilidad muy alta en agua y produce colorantes amarillos con propiedades muy buenas de firmeza del color.

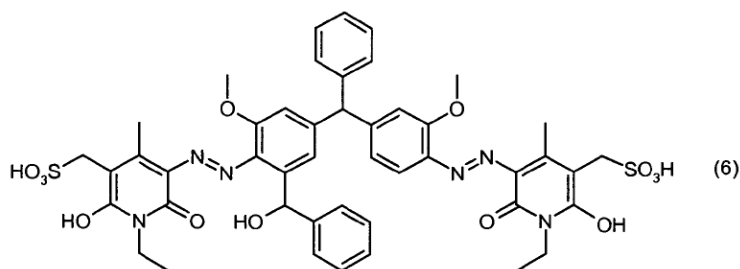
Ejemplo 24

Se diazotizan 44,0 partes (0,1 moles) de la amina del ejemplo 1 de acuerdo con 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 (aproximadamente al 30%).

- 10 Se añaden 49,4 partes (0,2 moles) de un compuesto de la formula



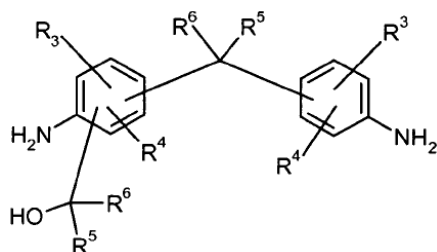
disueltas en 250 partes de agua durante 30 minutos a la solución tetrazotizada enfriada en hielo. Mediante la adición de una solución de NaOH al 30%, se lleva el pH a 3 - 4,5 produciendo un colorante de fórmula (6) y el colorante está en solución. λ máx. = 479 nm.



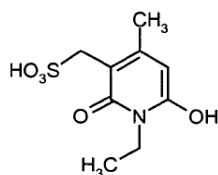
- 15 Se puede aislar el colorante por concentración al vacío o por precipitación en acetona/alcohol.
- Sin embargo, se puede utilizar la mezcla de reacción directamente para coloración sin aislar el producto. El colorante de fórmula (6) tiene una solubilidad muy alta en agua y produce colorantes amarillos con propiedades sorprendentemente muy buenas de firmeza del color.

- 20 Tabla 2. Síntesis del colorante con las aminas de la Tabla 1

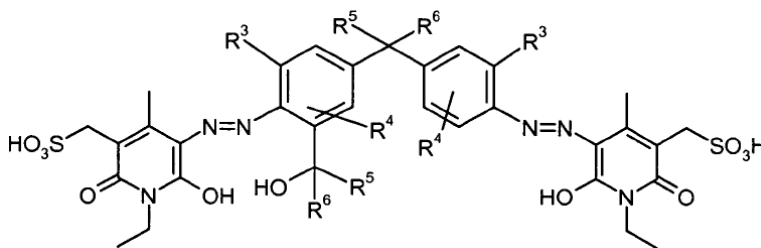
Los siguientes compuestos que se muestran en la tabla 3 fueron sintetizados de acuerdo con el ejemplo 23 o 24 utilizando la amina.



el componente diazo y reaccionaron con un componente de acoplamiento



en donde se obtuvo un compuesto de la siguiente fórmula:

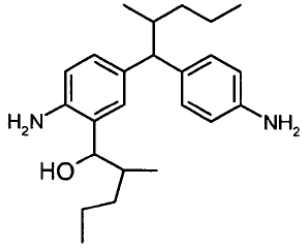
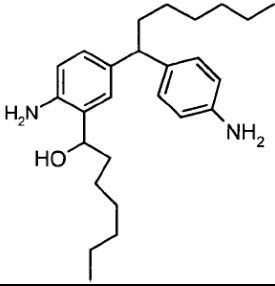
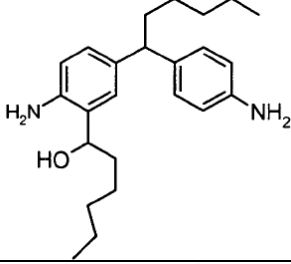
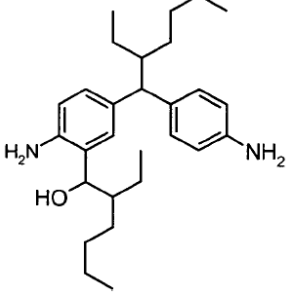
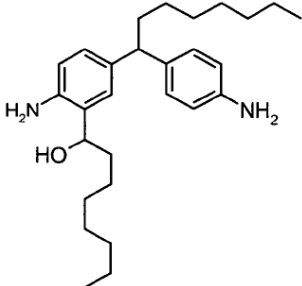


5

λ máx. (lambda máx.) esté indicada en nm (nanómetros; medida en una solución de ácido acético al 1%).

Colorante No.	Diamina	Puente No.	λ máx.
25		3	441
26		4	443
27		5	439

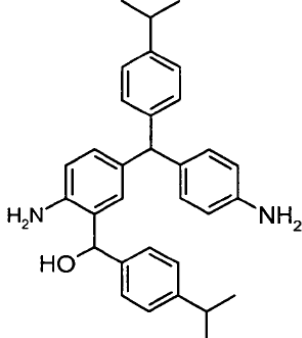
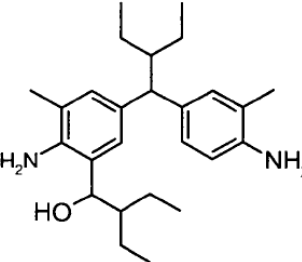
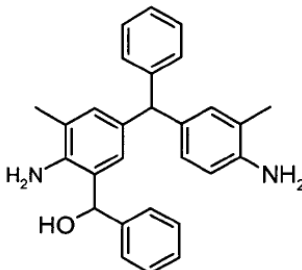
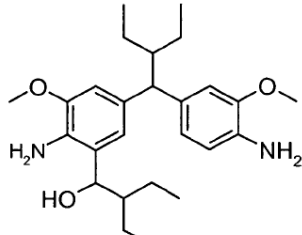
(continuación)

Colorante No.	Diamina	Puente No.	λ máx.
28		6	439
29		7	440
30		8	440
31		9	437
32		10	441

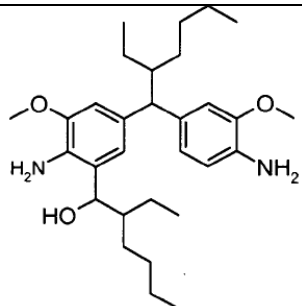
(continuación)

Colorante No.	Diamina	Puente No.	λ máx.
33		11	442
34		12	444
35		13	445
36		14	449
37 Referencia		15	448

(continuación)

Colorante No.	Diamina	Puente No.	λ máx.
38 Referencia		16	450
39		19	443
40		20	445
41		21	470

(continuación)

Colorante No.	Diamina	Puente No.	λ máx.
42		22	472

5 Ejemplo de uso A

Un baño colorante a 40°C, que consiste de 2000 partes de agua, 1 parte de un agente de nivelación con actividad catiónica débil que está basado en una amida de ácido graso de aminopropilo etoxilado y que tiene una afinidad por el colorante, 0,25 partes del colorante del Ejemplo de preparación 23 y ajustado a pH 5 con 1 - 2 partes de ácido acético al 40%, se pone en contacto con 100 partes de una tela de nailon 6. Después de 10 minutos a 40°C, se

calienta a 98 °C el baño colorante a una velocidad de 1 °C por minuto y después se deja en ebullición durante 45 - 60 minutos. Después de eso se enfría a 70 °C durante 15 minutos. Se remueve la tela teñida del baño, se enjuaga con agua caliente y después con agua fría, y se seca. El resultado obtenido es un producto de poliamida teñido de amarillo que posee una buena firmeza del color a la luz y a la humedad.

5 **Ejemplo de uso B**

10 Un baño colorante a 40°C, que consiste de 2000 partes de agua, 1 parte de un agente de nivelación con actividad catiónica débil que está basado en una amida de ácido graso de aminopropilo etoxilado y que tiene una afinidad por el colorante, 0,3 partes del colorante del Ejemplo de preparación 23 y ajustado a pH 5,5 con 1 - 2 partes de ácido acético al 40%, se pone en contacto con 100 partes de una tela de nailon 6. Después de 10 minutos a 40°C, se calienta el baño colorante a 120 °C a una velocidad de 1,5 °C por minuto y después se deja en ebullición durante 15 - 25 minutos. Después de eso se enfría a 70 °C durante 25 minutos. Se remueve la tela teñida del baño, se enjuaga con agua caliente y después con agua fría, y se seca. El resultado obtenido es un producto de poliamida teñido de amarillo que posee una buena firmeza del color a la luz y a la humedad.

Ejemplo de uso C

15 Un baño colorante a 40°C, que consiste de 4000 partes de agua, 1 parte de un agente de nivelación débilmente anfótero que está basado en una amida de ácido graso etoxilado, sulfatado y que tiene una afinidad por el colorante, 0,4 partes del colorante del Ejemplo de preparación 23 y ajustado a pH 5 con 1 - 2 partes de ácido acético al 40%, se pone en contacto con 100 partes de una tela de lana. Después de 10 minutos a 40°C, se calienta el baño colorante a ebullición a una velocidad de 1 °C por minuto y después se deja en ebullición durante 40 - 60 minutos.
20 Después de eso se enfría a 70 °C durante 20 minutos. Se remueve la tela teñida del baño, se enjuaga con agua caliente y después con agua fría, y se seca. El resultado obtenido es un producto de lana teñido de amarillo que posee una buena firmeza del color a la luz y a la humedad.

Ejemplo de uso D

100 partes de un material tejido de nailon 6 se impregnan con un licor a 50 °C que consiste de
25 40 partes del colorante del Ejemplo de preparación 23,
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),
30 10 partes de un agente de nivelación con actividad catiónica débil que se basa en una amida de ácido graso de aminopropilo etoxilado y que tiene afinidad por el colorante, y
810-815 partes de agua (para hacer 1000 partes de licor de relleno).

35 El material así impregnado se enrolla y se deja reposar en una cámara de vaporización bajo condiciones saturadas de vapor a 85 - 98 °C durante 3 - 6 horas para la fijación. El material teñido se enjuaga luego con agua caliente y fría y se seca. El resultado obtenido es un nailon teñido de amarillo, que tiene una buena uniformidad en la pieza y una buena firmeza del color a la luz y a la humedad.

Ejemplo de uso E

Una pila cortada de material textil en láminas, compuesta de nailon 6 y que tiene una tela de base sintética se impregna con un licor que contiene por cada 1000 partes

1 parte del colorante del Ejemplo de preparación 23
40 4 partes de un espesante comercialmente disponible a base de éter de harina de algarrobo
2 partes de un aducto de óxido de etileno no iónico de un alquilfenol superior
1 parte de ácido acético al 60%

Después de esto sigue la impresión con una pasta que por cada 1000 partes contiene los siguientes componentes:

20 partes de alquilamina grasa alcoxilada comercialmente disponible (producto de desplazamiento)

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

5 La impresión se fija durante 6 minutos en vapor saturado a 100°C, se enjuaga y seca. El resultado obtenido es un material de cubierta con coloración uniforme que tiene un patrón amarillo y blanco.

Ejemplo de uso F

10 Se secan 100 partes de una piel de grano afeitada en húmedo, curtida al cromo y recurtida sintéticamente, durante 30 minutos en un baño de 300 partes de agua y 2 partes del colorante del Ejemplo de preparación 23 a 55 °C. Después de la adición de 4 partes de una emulsión al 60 % de un aceite de pescado sulfitado, la piel fue engrasada durante 45 minutos. Después se acidifica con ácido fórmico al 8,5 % y se tritura durante 10 minutos (el pH final en el baño es de 3,5 - 4,0). Después de enjuagar la piel, se la deja escurrir hasta que se seca y se la termina de la manera usual. El resultado obtenido es una piel teñida de un matiz anaranjado claro uniforme con buena firmeza del color.

Los ejemplos de uso A hasta F también se pueden llevar a cabo con los colorantes 24 a 42 con resultados similares.

15 Ejemplo de uso G

3 partes del colorante del Ejemplo de preparación 23 se disuelven en 82 partes de agua desmineralizada y 15 partes de dietilén glicol a 60 °C. Después de enfriar a temperatura ambiente se produce una tinta de impresión de color anaranjado que es muy adecuada para impresión de inyección de tinta sobre papel o poliamida, y textiles de lana.

El ejemplo de uso G también se puede llevar a cabo con los colorantes 24 a 42 con resultados similares.

20 Ejemplo de uso H

25 Un baño colorante que consiste de 1000 partes de agua, 80 partes de sal de Glauber calcinada, 1 parte de nitrobenzeno-3-sulfonato de sodio y 1 parte del colorante del ejemplo 23, se calienta a 80 °C en un lapso de 10 minutos. Después se añaden 100 partes de algodón mercerizado. Después de esto se tiñe a 80 °C durante 5 minutos y después se calienta a 95 °C en un lapso de 15 minutos. Después de 10 minutos a 95 °C, se añaden 3 partes de carbonato de sodio, seguido por otras 7 partes de carbonato de sodio después de 20 minutos y otras 10 partes de carbonato de sodio después de 30 minutos a 95 °C. Se continua el proceso de coloración a 95 °C durante 60 minutos. Se remueve luego el material teñido del baño colorante y se enjuaga en agua desmineralizada corriente durante 3 minutos. A esto le siguieron dos lavados durante 10 minutos en 5000 partes de agua desmineralizada en ebullición cada vez, y posterior enjuague en agua desmineralizada corriente a 60 °C durante 3 minutos y con agua fría de la llave durante un minuto. Después del secado se obtiene un material teñido de algodón de color amarillo brillante con buena firmeza del color.

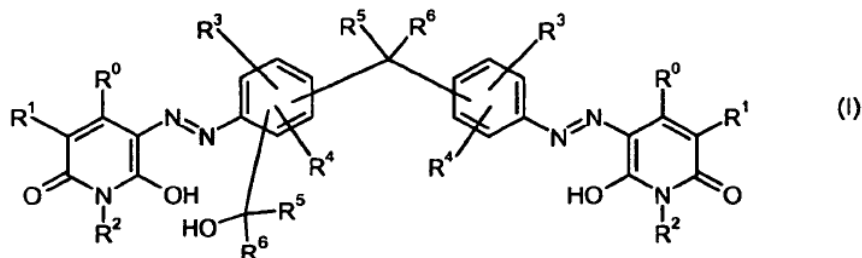
Ejemplo de uso I

35 Se disuelven 0,2 partes del colorante del Ejemplo de preparación 23 en 100 partes de agua caliente y se enfría la solución a temperatura ambiente. Se añade esta solución a 100 partes de pulpa al sulfito químicamente blanqueada, batida en 2000 partes de agua en un Hollander. Después de mezclar durante 15 minutos el material se combina con una mezcla de resina y sulfato de aluminio de una manera convencional. El papel producido con este material tiene un tono amarillo con buena firmeza del color a la humedad.

Los Ejemplos de uso H e I también se pueden llevar a cabo con los colorantes 24 a 42 con resultados similares.

REIVINDICACIONES

1. Compuestos de la fórmula general (I)



en donde

5 los compuestos de la fórmula (I) cuentan al menos con un sustituyente aniónico, siendo al menos un sustituyente aniónico un grupo sulfo,

R^0 significa metilo,

R^1 significa $-\text{CH}_2-\text{SO}_3\text{H}$,

R^2 significa etilo,

10 R^3 significa H, un grupo sulfo, un grupo alquilo no sustituido de 1 a 2 átomos de carbono, un grupo alcoxi no sustituido de 1 a 2 átomos de carbono,

R^4 significa H, un grupo alquilo no sustituido de 1 a 2 átomos de carbono, un grupo alcoxi no sustituido de 1 a 2 átomos de carbono,

R^5 significa H, o un grupo alquilo no sustituido de 1 a 9 átomos de carbono,

15 R^6 significa, un grupo alquilo no sustituido de 1 a 9 átomos de carbono, un grupo arilo no sustituido o R^5 y R^6 forman juntos un anillo ciclo alifático de cinco o seis miembros, en donde los anillos de cinco o seis miembros están sustituidos por un grupo alquilo de 1 a 4 átomos de carbono o los anillos de cinco o seis miembros no están sustituidos adicionalmente.

2. Compuestos de acuerdo con la reivindicación 1 **caracterizados porque**

20 R^0 significa un grupo metilo,

R^1 significa $-\text{CH}_2-\text{SO}_3\text{H}$,

R^2 significa un grupo etilo,

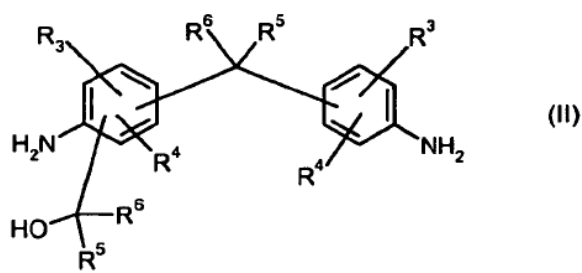
R^3 significa H, un grupo metilo, metoxi o sulfo,

R^4 significa H, un grupo metilo o uno metoxi,

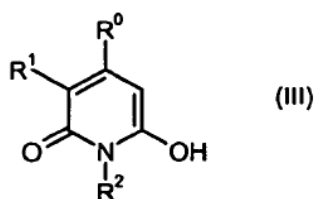
25 R^5 significa H, un grupo metilo o uno etilo,

R^6 significa un grupo alquilo no sustituido de 1 a 4 átomos de carbono, o R^5 y R^6 forman juntos un anillo ciclo alifático de seis miembros, en donde los anillos de seis miembros no están sustituidos adicionalmente.

3. Proceso para la preparación de compuestos de fórmula (I) de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende la reacción de la sal de bis-diazonio de una di-amina de fórmula (II),



con dos equivalentes del compuesto de fórmula (III).



en donde R^0 , R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 y R^6 son como se define en la reivindicación 1.

- 5 4. El uso de los compuestos de la fórmula (I) de acuerdo con la Reivindicación 1 para teñir y / o imprimir sustratos orgánicos.
5. El uso de los compuestos de la fórmula (I) de acuerdo con la Reivindicación 4 para teñir y / o imprimir lana, seda y poliamidas sintéticas.
- 10 6. El uso de los compuestos de la fórmula (I) de acuerdo con la Reivindicación 4 para preparar tintas para impresión para procesos de inyección de tinta.