



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 328 296**

51 Int. Cl.:
C09B 31/047 (2006.01)
C09B 35/04 (2006.01)
C09B 35/025 (2006.01)
C09D 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07727614 .5**
96 Fecha de presentación : **02.04.2007**
97 Número de publicación de la solicitud: **2016135**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **21.01.2009**

54 Título: **Colorantes ácidos.**

30 Prioridad: **07.04.2006 EP 06112381**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
11.11.2009

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
11.11.2009

73 Titular/es: **Clariant Finance (BVI) Limited**
Citco Building Wickhams Cay, P.O. Box 662
Road Town, Tortola, VG

72 Inventor/es: **Nusser, Rainer**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

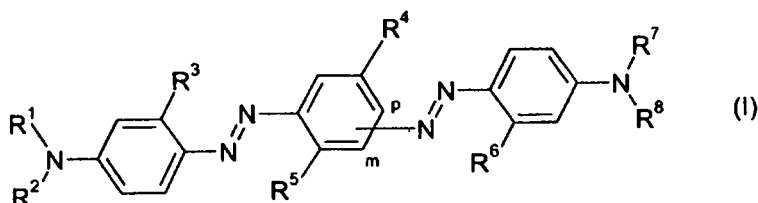
Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar 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 ácidos.

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

La invención proporciona compuestos de fórmula general (I)



en donde

R^1 y R^8 son independientemente alquilo C_{1-6} sin ramificar insustituido o alquilo C_{3-6} ramificado insustituido o alquilo C_{1-6} sin ramificar sustituido o alquilo C_{3-6} ramificado sustituido,

R^2 y R^7 son independientemente arilo sustituido o insustituido o $-(CH_2)_n$ -arilo sustituido o insustituido en donde $n = 1, 2, 3$ o 4 ,

R^3 y R^6 son independientemente hidrógeno, alquilo C_{1-6} sin ramificar insustituido o alquilo C_{3-6} ramificado insustituido o alquilo C_{1-6} sin ramificar sustituido o alquilo C_{3-6} ramificado sustituido o alcoxi C_{1-6} sin ramificar insustituido o alcoxi C_{3-6} ramificado insustituido o alcoxi C_{1-6} sin ramificar sustituido o alcoxi C_{3-6} ramificado sustituido, o halógeno, o $-NHCO$ -(alquilo C_{1-6}) con un grupo alquilo C_{1-6} sin ramificar, que está sustituido o insustituido, o $-NHCO$ -(alquilo C_{3-6}) con un grupo alquilo C_{3-6} ramificado, que está sustituido o insustituido, o $-NHCONH_2$,

R^4 y R^5 son independientemente hidrógeno, alquilo C_{1-6} sin ramificar insustituido o alquilo C_{3-6} ramificado insustituido o alquilo C_{1-6} sin ramificar sustituido o alquilo C_{3-6} ramificado sustituido, o halógeno,

y los compuestos de fórmula general (I) portan al menos un sustituyente aniónico.

En compuestos preferidos de fórmula general (I)

R^1 y R^8 son independientemente alquilo C_{1-6} sin ramificar insustituido o alquilo C_{3-6} ramificado insustituido o alquilo C_{1-6} sin ramificar sustituido o alquilo C_{3-6} ramificado sustituido,

R^2 y R^7 son independientemente arilo o $-(CH_2)_n$ -arilo, en donde $n = 1, 2, 3$ o 4 ,

R^3 y R^6 son independientemente hidrógeno, alquilo C_{1-6} sin ramificar insustituido o alquilo C_{3-6} ramificado insustituido o alquilo C_{1-6} sin ramificar sustituido o alquilo C_{3-6} ramificado sustituido, o alcoxi C_{1-6} sin ramificar insustituido o alcoxi C_{3-6} ramificado insustituido o alcoxi C_{1-6} sin ramificar sustituido o alcoxi C_{3-6} ramificado sustituido,

R^4 y R^5 son independientemente hidrógeno, alquilo C_{1-6} sin ramificar insustituido o alquilo C_{3-6} ramificado insustituido o alquilo C_{1-6} sin ramificar sustituido o alquilo C_{3-6} ramificado sustituido, o halógeno.

Los compuestos preferidos de fórmula (I) portan al menos un sustituyente aniónico, preferentemente 1 o 2 o 3 sustituyentes aniónicos, de los cuales dos sustituyentes aniónicos se prefieren de un modo muy particular.

El sustituyente o sustituyentes aniónicos en los compuestos de fórmula (I) están situados preferentemente en uno de los sustituyentes R^1 , R^2 , R^7 y/o R^8 , más preferentemente al menos uno de los sustituyentes aniónicos está situado en uno de los sustituyentes R^2 y/o R^7 .

Sustituyentes aniónicos preferidos son grupos carboxilo y/o sulfo, prefiriéndose los grupos sulfo de un modo particular.

Los compuestos preferidos de fórmula (I) tienen preferentemente 1, 2 o 3 y más preferentemente dos grupos sulfo. Con preferencia, dichos 1, 2 o 3 grupos sulfo son preferentemente los sustituyentes adicionales o los sustituyentes en

ES 2 328 296 T3

los radicales R^1 , R^2 , R^7 y/o R^8 , más particularmente los 1, 2 o 3 grupos están situados preferentemente en uno de los sustituyentes R^2 y/o R^7 .

Arilo es con preferencia fenilo sustituido o naftilo sustituido o fenilo insustituido o naftilo insustituido o $-(CH_2)_n$ -fenilo sustituido o insustituido o $-(CH_2)_n$ -naftilo sustituido o insustituido en donde $n = 1, 2, 3$ o 4 . Con preferencia n es 1 o 2.

Además, son muy particularmente preferidos los compuestos de fórmula (I) en donde R^2 y R^7 son un grupo $-CH_2$ -fenilo insustituido o un grupo $-CH_2$ -fenilo sustituido. Los grupos $-CH_2$ -fenilo preferidos son grupos $-CH_2$ -fenilo sustituidos, preferentemente sustituidos por grupos nitro y/o grupos sulfo, en donde los grupos sulfo se prefieren de un modo muy particular como sustituyente para los grupos $-CH_2$ -fenilo sustituido.

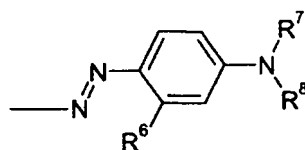
Estos sustituyentes en los grupos $-CH_2$ -fenilo están situados con preferencia en la mitad fenilo. Más preferentemente, estos sustituyentes en los grupos $-CH_2$ -fenilo están situados preferentemente en la mitad fenilo en posición meta o para, mientras que la posición meta es más preferida que la posición para.

Los grupos alquilo C_{3-6} ramificados o los grupos alquilo C_{1-6} sin ramificar y los grupos alcoxi C_{1-6} sin ramificar o los grupos alcoxi C_{3-6} ramificados pueden estar además sustituidos con grupos hidroxilo o grupos ciano. Preferentemente, los grupos alquilo y/o los grupos alcoxi no están sustituidos adicionalmente.

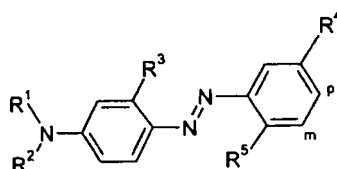
En los compuestos preferidos de fórmula (I), los grupos alquilo preferidos y los grupos alcoxi preferidos son grupos metilo, etilo, propilo, metoxi y etoxi. De un modo muy particular se prefieren los grupos metilo, etilo y metoxi.

Los grupos arilo sustituidos están con preferencia sustituidos por grupos nitro o sulfo. Tienen una preferencia particular los grupos sulfo como sustituyentes en los grupos arilo.

En los compuestos preferidos de fórmula (I) el radical



está enlazado al radical

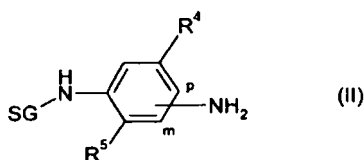


en posición m o p, en donde la posición p es más preferida.

Los documentos US,A,3.932.379 y DE,A1.2.215.238 describen colorantes diazoicos similares para teñir lana o poliamidas sintéticas.

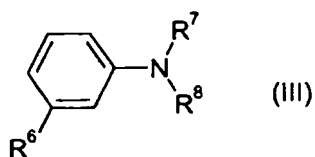
La invención también proporciona un procedimiento para la preparación de compuestos de fórmula (I). Los compuestos de la presente invención de fórmula (I) se pueden preparar bajo condiciones convencionales según procedimientos también convencionales.

En estos procedimientos, los compuestos de fórmula (II)

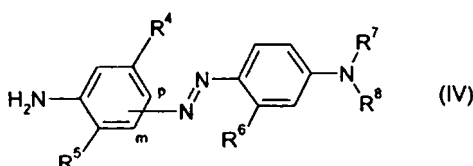


ES 2 328 296 T3

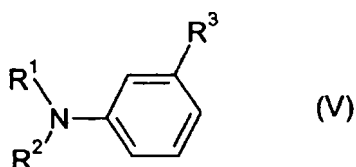
que son conocidos por la bibliografía al respecto y en donde SG es un grupo protector tal como acetilo, por ejemplo, y los otros sustituyentes se definen cada uno de ellos como anteriormente, se diazotan y copulan de manera convencional sobre un equivalente de un compuesto de fórmula (III)



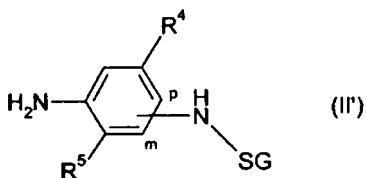
en donde los sustituyentes se definen cada uno de ellos como anteriormente y después de separar (por hidrólisis) el grupo protector SG, la amina de fórmula (IV)



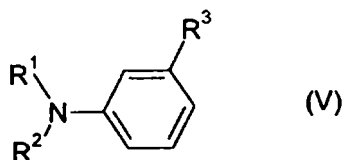
se diazota y copula de manera convencional sobre un equivalente de un compuesto de fórmula (V)



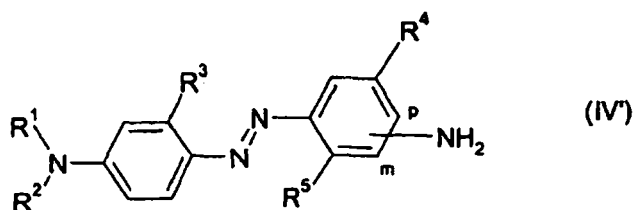
De manera similar, es posible proceder mediante un procedimiento en donde en primer lugar el compuesto de fórmula (II')



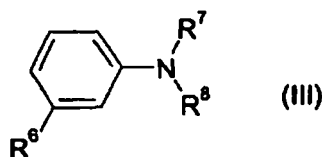
se diazota y copula de manera convencional sobre un equivalente de un compuesto de fórmula (V)



y una vez separado (por hidrólisis) el grupo protector SG, la amina de fórmula (IV')

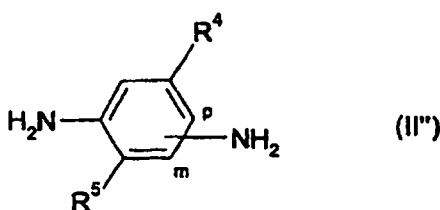


se diazota y copula de manera convencional sobre un equivalente de un compuesto de fórmula (III)



en donde los sustituyentes se definen cada uno de ellos como anteriormente.

En principio, también es posible que ambas funciones amina del compuesto de fórmula (II'')



sean bis-diazotadas y luego copuladas sobre dos equivalentes del compuesto de fórmula (III) o (V) o sobre una mezcla de los compuestos de fórmulas (III) y (V). Resultará claro para el experto en la materia que la mezcla estadística de los diferentes compuestos posibles se traducirá en dicho procedimiento de reacción, en donde la di-amina (II'') es bis-diazotada y luego reaccionada con la mezcla de los compuestos de fórmulas (III) y (V).

En este procedimiento, la amina particular se enfría a una temperatura de 0-10°C o preferentemente 0-5°C y se diazota por adición de ácido nitrosilsulfúrico. A continuación, la amina diazotada se deja reaccionar con el compuesto (III) o (V) según se requiera, preferentemente en solución acuosa.

Los colorantes de fórmula (I) pueden ser aislados del medio de reacción mediante procedimientos convencionales, por ejemplo mediante salificación con una sal de metal alcalino, filtración y secado, si resulta adecuado bajo presión reducida y a temperatura elevada.

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

La separación de sales y subproductos de síntesis indeseables y la separación parcial de agua de la solución de colorante en bruto se llevan a cabo por medio de una membrana semipermeable por aplicación de presión con lo que el colorante se obtiene sin las sales y subproductos de síntesis indeseables como una solución y, si es necesario como un cuerpo sólido de manera convencional.

Los colorantes de fórmula (I) y sus sales resultan particularmente adecuados para teñir o imprimir material fibroso consistente en poliamidas naturales o sintéticas en tonalidades que van desde rojas a violetas. Los colorantes de fórmula (I) y sus sales son adecuados para producir tintas de impresión por chorro de tinta y para utilizar dichas tintas de impresión por chorro de tinta para imprimir material fibroso que consiste en poliamidas naturales o sintéticas o celulosa (por ejemplo, papel).

Por tanto, la invención proporciona, según otro aspecto, el uso de los colorantes de fórmula (I), sus sales y mezclas para teñir y/o imprimir materiales fibrosos consistentes en poliamidas naturales o sintéticas. Otro aspecto consiste en la producción de tintas de impresión por chorro de tinta y su empleo para imprimir materiales fibrosos consistentes en poliamidas naturales o sintéticas.

El teñido se efectúa según procedimientos conocidos *per se*, véase por ejemplo los procedimientos de teñido descritos en Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, 4ª Edición, 1982, Volumen 22, páginas 658-673 o en el libro de M. Peter y H.K. Rouette, Grundlagen der Textilveredlung, 13ª Edición, 1989, páginas 535-556 and

ES 2 328 296 T3

566-574. Tiene preferencia el teñido según el procedimiento de agotamiento a una temperatura de 30 a 140°C, más preferentemente 80 a 120°C y con suma preferencia a una temperatura de 80 a 100°C, y a una relación de baño del orden de 3:1 a 40:1.

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

10 Los colorantes de acuerdo con la presente invención y sus sales son altamente compatibles con colorantes ácidos conocidos. Por tanto, los colorantes de fórmula (I), sus sales o mezclas se pueden emplear de forma individual en un procedimiento de teñido o impresión o también como un componente en una composición de teñido o impresión de tonalidades combinadas junto con otros colorantes ácidos de la misma clase, es decir, con colorantes ácidos que poseen propiedades de teñido comparables, tales como, por ejemplo, propiedades de solidez y tasas de agotamiento desde el baño de teñido al sustrato. Los colorantes de la presente invención se pueden emplear en particular
15 junto con determinados otros colorantes que tienen cromóforos adecuados. La relación en la cual los colorantes están presentes en una composición de teñido o impresión de tonalidades combinadas viene establecida por el matiz a obtener.

20 Los nuevos colorantes de fórmula (I), como se ha indicado anteriormente, son muy útiles para teñir poliamidas naturales y sintéticas, es decir, lana, seda y todos los tipos de nylon, sobre cada una de las cuales se obtienen teñidos que tienen un alto nivel de solidez, especialmente buena solidez a la luz y buena solidez en mojado (lavado, transpiración alcalina). Los colorantes de fórmula (I) y sus sales tienen un alto grado de agotamiento. Similarmente, la capacidad de los colorantes de fórmula (I) y sus sales para acumularse es muy buena. Los teñidos de tonalidad progresiva sobre los
25 sustratos identificados son de una calidad sobresaliente. Además, todos los teñidos tienen un matiz constante bajo luz artificial. Por otro lado, la solidez a la evaporación y ebullición es buena. Una ventaja decisiva de los nuevos colorantes es que están libres de metal y proporcionan teñidos muy igualados.

Los compuestos de acuerdo con la invención se pueden emplear como un colorante individual o también, debido a su buena compatibilidad, como un elemento de combinación con otros colorantes de la misma clase que tienen propiedades de teñido comparables, por ejemplo con respecto a las solideces en general, valor de agotamiento, etc. Los teñidos de tonalidad combinada obtenidos tienen solideces similares a las de los teñidos con el colorante individual.

35 Los colorantes de la invención de fórmula (I) también se pueden emplear como componentes rojos en el teñido o impresión tricromático. El teñido o impresión tricromático puede utilizar todos los procedimientos de teñido y impresión usuales y conocidos, tales como, por ejemplo, el procedimiento continuo, el procedimiento de agotamiento, el procedimiento de teñido en espuma y el procedimiento de chorro de tinta.

40 La composición de los componentes colorantes individuales en la mezcla colorante tricromática empleada en el procedimiento de la invención depende del matiz deseado. Un matiz marrón, por ejemplo, utiliza preferentemente 25-65% en peso de un componente amarillo, 20-30% en peso del componente rojo de la invención y 10-20% en peso de un componente azul.

45 El componente amarillo, como se ha descrito anteriormente, puede consistir en un solo componente o en una mezcla de diferentes componentes rojos individuales que corresponden a la fórmula (I). Se da preferencia a las combinaciones dobles y triples.

Componentes azules y/o amarillos particularmente preferidos se describen en WO2002/46318.

50 En los siguientes ejemplos, las partes y porcentajes son en peso y las temperaturas se ofrecen en grados Celsius.

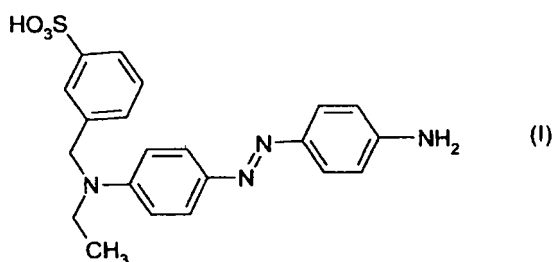
Ejemplo de preparación 1

55 Se introdujeron 15,0 partes de 4-aminoacetanilida en una mezcla de 50 partes de hielo y 25 partes en volumen de ácido clorhídrico al 30% aproximadamente y se agitó durante alrededor de 30 minutos. A 0-5°C, se añadieron entonces gota a gota, en el plazo de 30 minutos, 17,3 partes en volumen de una solución al 40% de nitrito sódico. La temperatura se mantuvo en 0-5°C durante la adición mediante la incorporación de hielo. Finalizada la diazotación, el exceso de
60 nitrito sódico fue destruido con ácido aminosulfónico.

Se suspendieron 29,1 partes de ácido 3-[(etilfenilamino)metil]bencenosulfónico en 200 partes de agua. La suspensión se ajustó a pH 7-7,5 con carbonato sódico. Se añadió entonces la suspensión diazoica en el transcurso de 30 minutos con vigorosa agitación. Durante la adición, el pH se mantuvo en 7 aproximadamente mediante la adición
65 dosificada de solución de carbonato sódico.

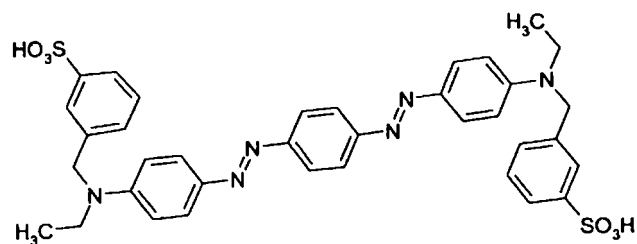
Finalizada la reacción de copulación, se añadieron 50 partes en volumen de una solución acuosa de hidróxido sódico al 30% aproximadamente y la mezcla de reacción se calentó a 90-100°C. La reacción fue controlada median-

te cromatografía de capa delgada. Después de 24 horas aproximadamente, finalizó la desacetilación. El compuesto resultante de fórmula



se separó por filtración.

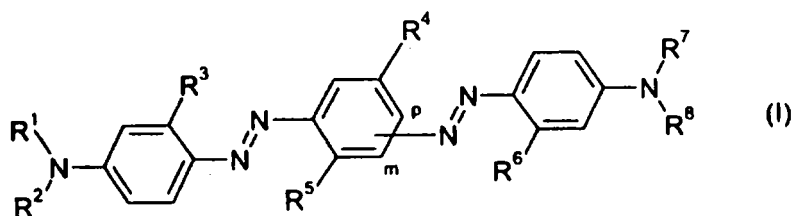
Una suspensión de 29,1 partes de ácido 3-[(etilfenilamino)metil]bencenosulfónico en 200 partes de agua se ajustó a un pH de 7-7,5 empleando carbonato sódico. Esta suspensión se mezcló con una suspensión de sal de diazonio preparada de manera convencional a partir de 41,0 partes del compuesto aminoazo (I) y 17,3 partes en volumen de una solución al 40% de nitrito sódico a 0-5°C. Finalizada la copulación, el colorante resultante de fórmula

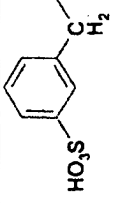
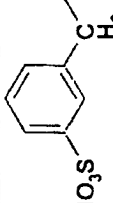
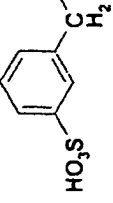
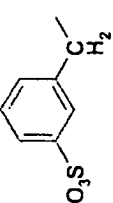
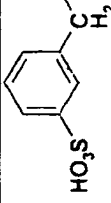
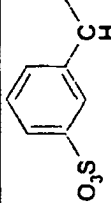
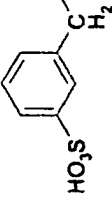
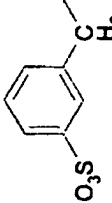
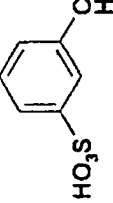
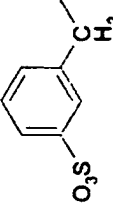
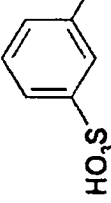
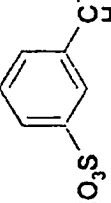


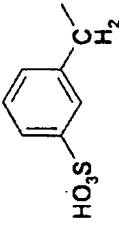
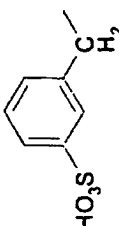
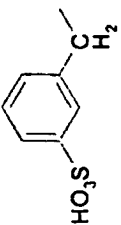
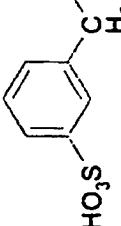
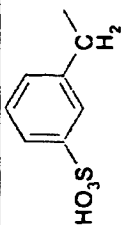
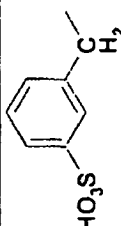
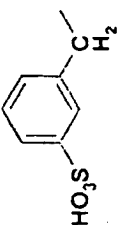
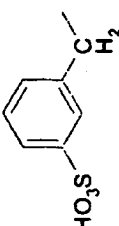
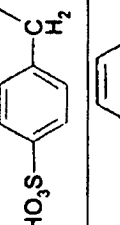
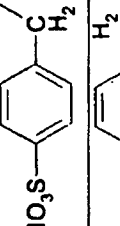
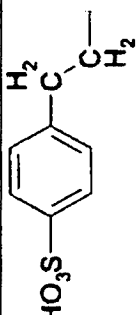
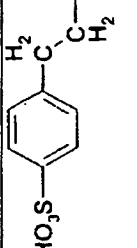
fue salificado con cloruro sódico, separado por filtración y secado a 50°C bajo presión reducida. En lana y en particular en fibras de poliamida produce teñidos rojos que tienen muy buenas propiedades de solidez a la luz y en mojado ($\lambda_{\max}$) ($\lambda_{\max}$) = 529 nm).

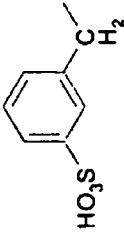
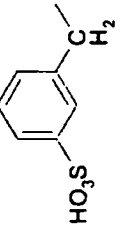
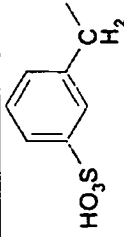
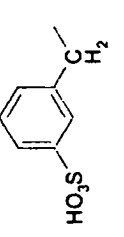
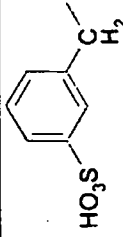
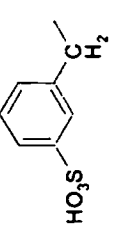
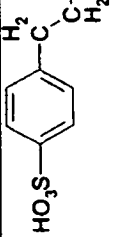
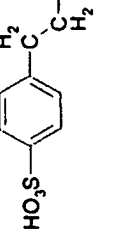
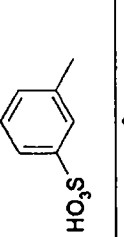
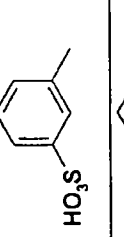
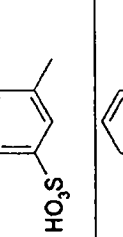
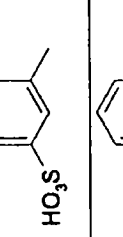
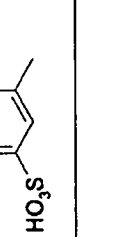
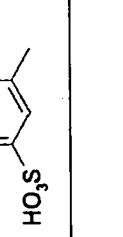
Ejemplos 2-26

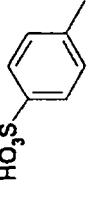
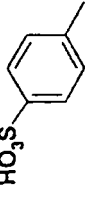
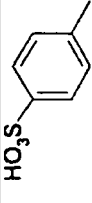
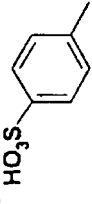
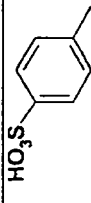
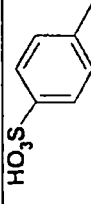
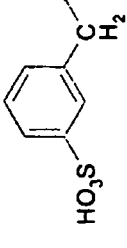
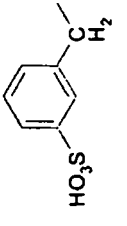
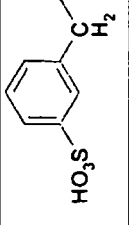
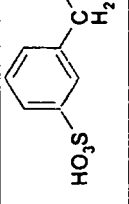
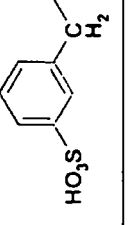
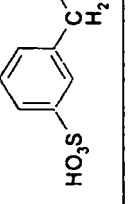
La siguiente tabla contiene colorantes que pueden ser preparados de manera similar al método descrito en el ejemplo 1 empleando los correspondientes materiales de partida. Estos colorantes proporcionan teñidos rojos que tienen solidez a la luz y en mojado muy buenas sobre fibras de poliamida y lana. (Me es metilo, Et es etilo, OMe es metoxi y Pr es un radical propilo. En la columna más a la derecha de la siguiente tabla se indica el valor $\lambda_{\max}$) ($\lambda_{\max}$) de la sustancia relevante).



Ejemplo	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	R ⁷	R ⁸	Posición	λ _{max} [nm]
2	Et		Me	Me	Me	Me	Et		p	537
3	Et.		H	Me	Me	H	Et		p	529
4	Et		Me	H	H	Me	Et		p	540
5	Et		Me	H	H	H	Et		p	535
6	Et		Me.	Me	Me	H	Et		p	539
7	Et		Me	Me	H	Me	Et		p	536

Ejemplo	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	R ⁷	R ⁸	Posición	$\lambda_{\max}$ [nm]
8	Et		H	Me	H	H	Et		p	534
9	Et		H	H	H	H	Et		m	526
10	Et		Me	H	H	Me	Et		m	532
11	Me		Me	Me	Me	Me	Me		p	539
12	Et		Me	Me	Me	Me	Et		p	536
13	Et		Me	Me	Me	Me	Et		p	533

Ejemplo	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	R ⁷	R ⁸	Posición	$\lambda_{\max}$ [nm]
14	Pr		Me	Me	Me	H.	Pr		p	531
15	Et		H	Cl	Cl	H	Et		p	570
16	Et		Me	Cl	Cl	Me	Et		p	568
17	Et		Me	Cl	Cl	Me	Et		p	565
18	Me		Me	Me	Me	Me	Me		p	535
19	Et		Me	Me	Me	Me	Et		p	539
20	Et		H	H	H	H	Et		p	531

Ejemplo	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	R ⁷	R ⁸	Posición	λ_{max} [nm]
21	Et		H	H	H	H	Et		p	538
22	Et		Me	Me	Me	Me	Et		p	530
23	Et		Me	H	H	Me	Et		m	536
24	Et		OMe	H.	H	OMe	Et		p	547
25	Et		OMe	Me	Me	OMe	Et		p	543
26	Et		Me	Me	Me	Me	Et		p	543

ES 2 328 296 T3

Ejemplo de uso A

Un baño de colorante a 40°C, consistente en 2.000 partes de agua, 1 parte de un agente de igualación débilmente catión-activo que está basado en una aminopropilamida de ácido graso etoxilada y que tiene afinidad por el colorante, 0,25 partes del colorante del ejemplo de preparación 1 y ajustado a pH 5 con 1-2 partes de ácido acético al 40%, se cargó con 100 partes de género de nylon-6. Después de 10 minutos a 40°C, el baño de colorante se calentó a 98°C a una velocidad de 1°C por minuto y luego se dejó en ebullición durante 45-60 minutos. A continuación se enfrió a 70°C durante 15 minutos. El género teñido se retiró del baño, se enjuagó con agua caliente y luego con agua fría y se secó. El resultado obtenido es un teñido de poliamida rojo que posee buenas solideces a la luz y en mojado.

Ejemplo de uso B

Un baño de colorante a 40°C, consistente en 2.000 partes de agua, 1 parte de un agente de igualación débilmente catión-activo que está basado en una aminopropilamida de ácido graso etoxilada y que tiene afinidad por el colorante, 0,3 partes del colorante del ejemplo de preparación 1 y ajustado a pH 5,5 con 1-2 partes de ácido acético al 40%, se cargó con 100 partes de género de nylon-6.6. Después de 10 minutos a 40°C, el baño de colorante se calentó a 120°C a una velocidad de 1,5°C por minuto y luego se dejó a esta temperatura durante 15-25 minutos. A continuación se enfrió a 70°C durante 25 minutos. El género teñido se retiró del baño, se enjuagó con agua caliente y luego con agua fría y se secó. El resultado obtenido es un teñido de poliamida en rojo con buena igualación y que tiene buenas solideces a la luz y en mojado.

Ejemplo de uso C

Un baño de colorante a 40°C, consistente en 4.000 partes de agua, 1 parte de un agente de igualación débilmente anfótero que está basado en una amida de ácido grado sulfatada y etoxilada y que tiene afinidad por el colorante, 0,4 partes del colorante del ejemplo de preparación 1 y ajustado a pH 5 con 1-2 partes de ácido acético al 40%, se cargó con 100 partes de género de lana. Después de 10 minutos a 40°C, el baño de colorante se calienta a ebullición a una velocidad de 1°C por minuto y luego se deja en ebullición durante 40-60 minutos. A continuación se enfría a 70°C durante 20 minutos. El género teñido se retira del baño, se enjuaga con agua caliente y luego con agua fría y se seca. El resultado obtenido es un teñido de lana rojo que posee buenas solideces a la luz y en mojado.

Ejemplo de uso D

Se fulardean 100 partes de un material tejido de nylon-6 con un baño a 50°C consistente en

40 partes del colorante del ejemplo de preparación 1,

100 partes de urea

20 partes de un solubilizante no iónico a base de butildiglicol,

15-20 partes de ácido acético (para ajustar el pH a 4),

10 partes de un agente de igualación débilmente catión-activo a base de una aminopropilamida de ácido graso etoxilada y que tiene afinidad por el colorante, y

810-815 partes de agua (para completar hasta 1.000 partes de baño de fulardeo).

El material así impregnado se enrolla y se deja hinchar en una cámara de tratamiento con vapor de agua bajo condiciones de vapor de agua saturado a 85-98°C durante 3-6 horas para realizar la fijación. El teñido se enjuaga entonces con agua caliente y agua fría y se seca. El resultado obtenido es un material de nylon teñido en rojo que tiene una buena igualación en la pieza y buenas solideces a la luz y en mojado.

Ejemplo de uso E

Un material laminar textil de pelo corto constituido por nylon-6 y que tiene un género de base sintético se fulardea con un baño que contiene por 100 partes

1 parte del colorante del ejemplo de preparación 1,

4 partes de un espesante comercialmente disponible a base de éter de harina de carobo,

2 partes de un aducto no iónico de óxido de etileno de un alquilfenol superior,

ES 2 328 296 T3

1 parte de ácido acético al 60%.

Esto viene seguido mediante impresión con una pasta que por 1.000 partes contiene los siguientes componentes:

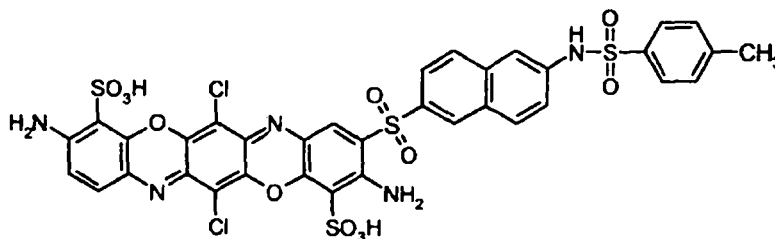
20 partes de alquilamina grasa alcoxilada comercialmente disponible (producto de sustitución),

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

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

Ejemplo de uso F

Un baño de colorante a 40°C consistente en 2.000 partes de agua, 1 parte de un agente de igualación débilmente catión-activo basado en una aminopropilamida de ácido graso etoxilada y que tiene afinidad por el colorante, 0,2 partes del colorante del ejemplo 1, 1,5 partes de un preparado comercialmente disponible de C.I. Acid Yellow 236 (Nylonsan Yellow F-L) y 0,5 partes del colorante azul del ejemplo de preparación 46 de la solicitud de Patente WO99/51681 o de EP1066340 B1:



Ejemplo de preparación 46 de la solicitud de Patente WO99/51681 y EP1066340 B1, ajustado a pH 5 con 1,2 partes de ácido acético al 40%, se carga con 100 partes de género tejido de nylon-6,6. Después de 10 minutos a 40°C, el baño de colorante se calienta a 98°C a una velocidad de 1°C por minuto y luego se deja en ebullición durante 45-60 minutos. Esto viene seguido por enfriamiento a 70°C durante 15 minutos. Se retira el género teñido del baño, se enjuaga con agua caliente y luego con agua fría y se seca. El resultado obtenido es una poliamida teñida en color gris igualado que tiene buenas solidez a la luz y en mojado.

Ejemplo de uso G

100 partes de un cuero de grano húmedo rasurado curtido al cromo y recurtido de manera sintética, se secan durante 30 minutos en un baño de 300 partes de agua y 2 partes del colorante del ejemplo de preparación 1 a 55°C. Después de la adición de 4 partes de emulsión al 60% de un aceite de pescado sulfitado, el cuero se impregna con grasa durante 45 minutos. Luego se acidifica con ácido fórmico al 8,5% y se muele durante 10 minutos (pH final en el baño: 3,5-4,0). El cuero se enjuaga entonces, se deja secar por goteo y se acaba del modo usual. El resultado obtenido es un cuero teñido en un matiz rojo claro igualado con buenas solidez.

Los ejemplos de uso A a G también se pueden realizar con los colorantes 2 a 28 con resultados similares.

Ejemplo de uso H

Se disuelven 3 partes del colorante del ejemplo de preparación 3 y 82 partes de agua desmineralizada y 15 partes de dietilenglicol a 60°C. El enfriamiento a temperatura ambiente proporciona una tinta de impresión roja que es muy altamente adecuada para la impresión por chorro de tinta sobre papel o textiles de poliamida y lana. El ejemplo de uso H también se puede efectuar con los colorante 1 o 2 y 4 a 26 con resultados similares.

Ejemplo de uso I

Un baño de colorante consistente en 100 partes de agua, 80 partes de sal de Glauber calcinada, 1 parte de nitro-benceno-3-sulfonato sódico y 1 parte del colorante del ejemplo 79, se calienta a 80°C en el transcurso de 10 minutos. Se añaden entonces 100 partes de algodón mercerizado. Esto viene seguido por el teñido a 80°C durante 5 minutos y posterior calentamiento a 95°C en el transcurso de 15 minutos. Después de 10 minutos a 95°C, se añaden 3 partes de carbonato sódico, seguido por 7 partes más de carbonato sódico después de 20 minutos y por otras 10 partes de carbonato sódico después de 30 minutos a 95°C. El teñido se continúa entonces a 95°C durante 60 minutos. El material teñido se retira del baño de colorante y se enjuaga en agua desmineralizada durante 3 minutos. Esto viene seguido

ES 2 328 296 T3

por dos lavados durante 10 minutos en 5.000 partes de agua desmineralizada hirviendo durante un tiempo y posterior enjuagado en agua desmineralizada a 60°C durante 3 minutos y luego con agua fría del grifo durante 1 minuto. El secado deja un algodón teñido en color rojo brillante que tiene buena solidez.

5

Ejemplo de uso J

10 Se disuelven 0,2 partes del colorante del ejemplo de preparación 1 en 100 partes de agua caliente y la solución se enfría a temperatura ambiente. Esta solución se añade a 100 partes de pasta papelera químicamente blanqueada al sulfito en 2.000 partes de agua en un aparato Hollander. Después de 15 minutos de mezcla, el material se apresta con apresto de resina y sulfato de aluminio de manera convencional. El papel producido a partir de este material tiene una tonalidad roja con buena solidez en mojado.

15

Los ejemplos de uso I y J también se pueden efectuar con los colorantes 2 a 26 con resultados similares.

20

25

30

35

40

45

50

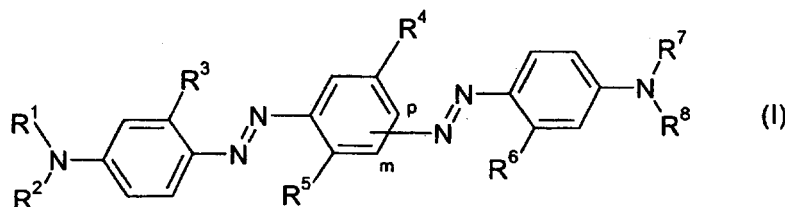
55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Compuestos de fórmula general (I)



en donde

R¹ y R⁸ son independientemente alquilo C₁₋₆ sin ramificar insustituido o alquilo C₃₋₆ ramificado insustituido o alquilo C₁₋₆ sin ramificar sustituido o alquilo C₃₋₆ ramificado sustituido,

R² y R⁷ son independientemente arilo sustituido o insustituido o -(CH₂)_n-arilo sustituido o insustituido en donde n = 1, 2, 3 o 4,

R³ y R⁶ son independientemente hidrógeno, alquilo C₁₋₆ sin ramificar insustituido o alquilo C₃₋₆ ramificado insustituido o alquilo C₁₋₆ sin ramificar sustituido o alquilo C₃₋₆ ramificado sustituido o alcoxi C₁₋₆ sin ramificar insustituido o alcoxi C₃₋₆ ramificado insustituido o alcoxi C₁₋₆ sin ramificar sustituido o alcoxi C₃₋₆ ramificado sustituido, o halógeno, o -NHCO-(alquilo C₁₋₆) con un grupo alquilo C₁₋₆ sin ramificar, que está sustituido o insustituido, o -NHCO-(alquilo C₃₋₆) con un grupo alquilo C₃₋₆ ramificado, que está sustituido o insustituido, o -NHCONH₂,

R⁴ y R⁵ son independientemente hidrógeno, alquilo C₁₋₆ sin ramificar insustituido o alquilo C₃₋₆ ramificado insustituido o alquilo C₁₋₆ sin ramificar sustituido o alquilo C₃₋₆ ramificado sustituido, o halógeno,

y los compuestos de fórmula general (I) portan al menos un sustituyente aniónico.

2. Compuestos según la reivindicación 1, **caracterizados** porque

R¹ y R⁸ son independientemente alquilo C₁₋₆ sin ramificar insustituido o alquilo C₃₋₆ ramificado insustituido o alquilo C₁₋₆ sin ramificar sustituido o alquilo C₃₋₆ ramificado sustituido,

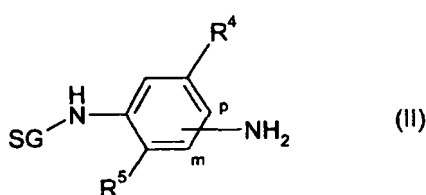
R² y R⁷ son independientemente arilo o -(CH₂)_n-arilo, en donde n = 1, 2, 3 o 4,

R³ y R⁶ son independientemente hidrógeno, alquilo C₁₋₆ sin ramificar insustituido o alquilo C₃₋₆ ramificado insustituido o alquilo C₁₋₆ sin ramificar sustituido o alquilo C₃₋₆ ramificado sustituido, o alcoxi C₁₋₆ sin ramificar insustituido o alcoxi C₃₋₆ ramificado insustituido o alcoxi C₁₋₆ sin ramificar sustituido o alcoxi C₃₋₆ ramificado sustituido,

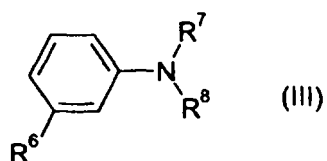
R⁴ y R⁵ son independientemente hidrógeno, alquilo C₁₋₆ sin ramificar insustituido o alquilo C₃₋₆ ramificado insustituido o alquilo C₁₋₆ sin ramificar sustituido o alquilo C₃₋₆ ramificado sustituido, o halógeno.

3. Compuestos según la reivindicación 2, **caracterizados** porque los compuestos de fórmula (I) portan 1 o 2 o 3 grupos sulfo.

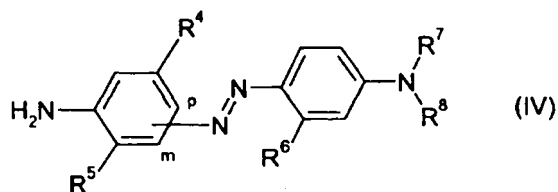
4. Procedimiento para preparar compuestos de fórmula (I) de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque los compuestos de fórmula (II)



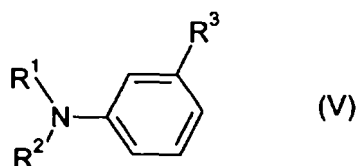
en donde SG es un grupo protector, se diazotan y copulan sobre un equivalente de un compuesto de fórmula (III)



y después de separar el grupo protector SG, la amina resultante de fórmula (IV)

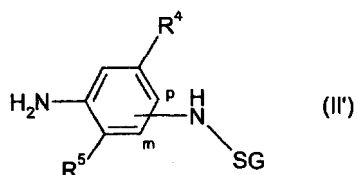


se diazota y copula sobre un equivalente de un compuesto de fórmula (V)

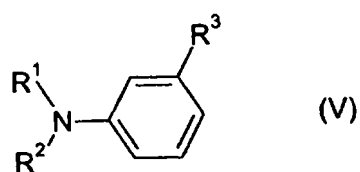


o

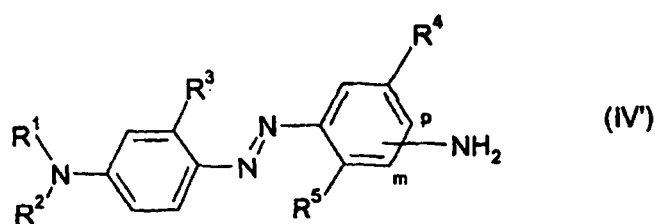
porque el compuesto de fórmula (II')



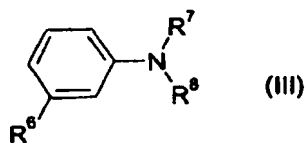
se diazota y copula sobre un equivalente de un compuesto de fórmula (V)



y una vez separado el grupo protector SG, la amina de fórmula (IV')



se diazota y copula sobre un equivalente de un compuesto de fórmula (III)



10 en donde los sustituyentes se definen cada uno de ellos como anteriormente.

5. Uso de los compuestos de fórmula (I) según las reivindicaciones 1 o 2 o 3 para teñir y/o imprimir sustratos orgánicos.

15 6. Uso de los compuestos de fórmula (I) según las reivindicaciones 1 o 2 o 3 para el teñido y/o impresión de lana, seda y poliamidas sintéticas.

20 7. Uso de los compuestos de fórmula (I) según las reivindicaciones 1 o 2 o 3 en la preparación de tintas de impresión para el proceso por chorro de tinta.