

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 812 502**

51 Int. Cl.:

C09B 29/01 (2006.01)
C09B 29/08 (2006.01)
C09B 29/039 (2006.01)
D06P 3/54 (2006.01)
C09B 29/045 (2006.01)
D06P 1/18 (2006.01)
D06P 1/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.12.2010** **PCT/IN2010/000851**
87 Fecha y número de publicación internacional: **30.06.2011** **WO11077462**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.12.2010** **E 10824270 (2)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.05.2020** **EP 2516728**

54 Título: **Tintes dispersos**

30 Prioridad:

23.12.2009 IN 2980MU2009

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
17.03.2021

73 Titular/es:

COLOURTEX INDUSTRIES LIMITED (100.0%)
Survey No 91 Paikee Bhestan Navasari-Surat
Road
Gujarat Surat 395 023, IN

72 Inventor/es:

DESAI, PANKAJ;
HIMENO, KIYOSHI;
DESAI, NIKHIL y
PATEL, JAY

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 812 502 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

Tintes dispersos

Campo de la invención

La presente invención se refiere a tintes dispersos y a su uso.

5 Antecedentes de la invención y técnica anterior

Tradicionalmente, los tintes dispersos se utilizan para teñir fibras sintéticas y su mezcla con otras fibras, como celulosa, poliuretano, nilón y lana, a través de las técnicas habituales de tintura por agotamiento, tintura continua e impresión.

La solicitud de patente india 2162/KOLNP/2009, que es el equivalente indio de la publicación internacional WO2008074719 y se titula "Mezclas de tintes dispersos" describe mezclas de tintes azo dispersos con tintes de antraquinona o benzodifuranona para la coloración de materiales textiles sintéticos. Dicha patente pone de relieve que con las mezclas de tintes dispersos se consiguen propiedades deseadas de solidez del color.

El número de patente india: IN 190551 (1700/DEL/94), que es el equivalente indio de la publicación internacional WO950200014 se refiere a tintes monoazo y a un proceso para dar color a materiales textiles sintéticos, a textiles sintéticos cuando se les da color, a un proceso para la coloración en masa de plásticos, a plásticos cuando se les da color, a ciertos tintes azo nuevos y a composiciones que contienen tintes azo. Las publicaciones indias IN197577 (935/DEL/2002) e IN196765 (936/DEL/2002), divisionales para la patente No: IN 190551 también dan a conocer un proceso para la preparación de un compuesto de tinte azo.

Recientemente, con los cambios de tendencia, ha aumentado de forma significativa el consumo de telas mezcladas que requiere el mercado y la moda. Estas nuevas telas están hechas de fibras de un tamaño microscópico en el que se utiliza fibra poliéster de denier fino o se mezcla la fibra con poliuretano, nilón y lana. Las propiedades de solidez de estas nuevas telas de color son peores con respecto a la solidez a la luz y la solidez a la sublimación, en particular, la solidez al lavado cuando se tiñen o se imprimen con tintes dispersos convencionales.

Para solventar las limitaciones de solidez a la luz y solidez al lavado de los tintes dispersos para textiles sintéticos, los autores de la presente invención han desarrollado una gama de tintes dispersos con propiedades de solidez global excelentes, en particular solidez al lavado.

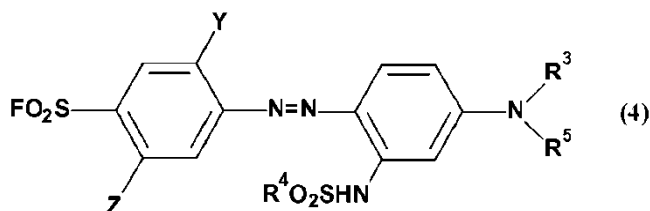
Objetos de la invención

Es un objeto de la presente invención proporcionar tintes azo dispersos.

Es otro objeto más de la presente invención proporcionar tintes azo dispersos que tienen una excelente solidez al lavado sobre la fibra de poliéster.

30 Compendio de la invención

Según un aspecto de la presente invención, se proporciona tintes azo dispersos de la siguiente fórmula,



en donde,

Y	Z	R ⁴	R ³ y R ⁵
Cl	Cl	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
Cl	Cl	CH ₃	C ₂ H ₅
NO ₂	H	CH ₃	C ₂ H ₅
NO ₂	Cl	CH ₃	C ₂ H ₅
Cl	Cl	CH ₃	C ₄ H ₉ (n)

Los tintes dispersos definidos en la fórmula (4) tienen una excelente solidez al lavado y solidez a la luz sobre la fibra de poliéster.

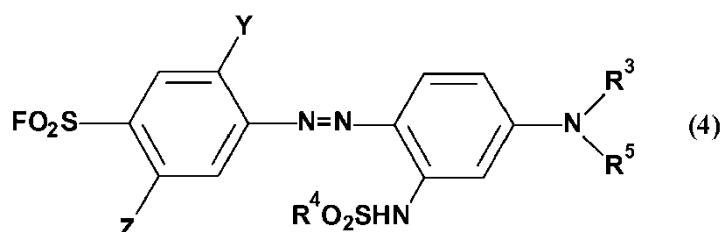
Descripción detallada de la presente invención

Los tintes azo dispersos se preparan generalmente por diazotización de amina aromática primaria y, posteriormente, se acoplan con un componente de acoplamiento adecuado.

La presente invención se refiere a tintes dispersos.

Los tintes dispersos se utilizan para teñir poliéster y sus mezclas con otras fibras, como celulosa, poliuretano, nilón y lana, a través de técnicas habituales de tintura por agotamiento, tintura continua e impresión. Recientemente, las propiedades de solidez de las fibras de color han venido siendo peores en la solidez a la luz y la solidez a la sublimación, en particular, la solidez al lavado, debido al uso de fibra de poliéster de un denier de tamaño más fino o el mezclado de fibra con poliuretano, nilón y lana. Es deseable un colorante excelente que soporte este uso en el campo de la tintura y la impresión.

Para resolver estos problemas, los autores de la presente invención han diseñado por ingeniería colorantes azo dispersos con propiedades de solidez excelentes, que se representan mediante la fórmula (4):



en donde,

Y	Z	R ⁴	R ³ y R ⁵
Cl	Cl	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
Cl	Cl	CH ₃	C ₂ H ₅
NO ₂	H	CH ₃	C ₂ H ₅
NO ₂	Cl	CH ₃	C ₂ H ₅
Cl	Cl	CH ₃	C ₄ H ₉ (n)

En condiciones apropiadas, es posible diazotizar y acoplar con éxito una amina aromática primaria con un componente de acoplamiento especialmente desarrollado para conseguir tintes dispersos de fórmula (4). Dichos tintes dispersos poseen excelentes propiedades de solidez al lavado y a la luz.

Se proporciona una composición que comprende un tinte disperso de la presente invención y, adicionalmente, al menos otro ingrediente más convencionalmente utilizado en la aplicación de color, como pueda ser un agente de dispersión y, opcionalmente, un tensioactivo o un agente de humectación. Típicamente, la composición de tinte comprende de 10% a 65%, preferiblemente de 20% a 50% en peso del tinte total como único componente o como una mezcla en un medio sólido.

Los agentes de dispersión preferibles son lignosulfonatos, condensados de ácido naftalen sulfónico/formaldehído y condensados de fenol/cresol/ácido sulfanílico/formaldehído. Los ejemplos preferibles de agente de humectación son etoxilatos de alquil arilo, que puede ser sulfonado o fosfato y, entre los ejemplos típicos de otros ingredientes que pueden estar presentes, se incluyen sales inorgánicas, desespumantes, como aceite mineral o nonanol, líquidos orgánicos y tampones. Los agentes dispersos pueden estar presentes a entre un 80% y un 400% sobre el peso de las mezclas de tintes. Los agentes de humectación pueden utilizarse a entre un 0,1% y un 20% sobre el peso de las mezclas de tintes.

El tinte disperso o las mezclas de tintes dispersos de la presente invención pueden molerse con un agente de dispersión adecuado utilizando perlas de vidrio o arena en un medio acuoso. Las composiciones pueden tener otras adiciones de agentes de dispersión, cargas y otros tensioactivos y se pueden secar a través de una técnica como

pueda ser secado por pulverización para dar una composición sólida que comprende de 15% a 65% en peso de colorante.

- 5 En caso de teñir con materiales de fibra, se muelen los colorantes en agua con un agente de dispersión según un método habitual y se utilizan los tintes acabados para teñir o imprimir en forma líquida o la forma en polvo después del secado por pulverización del líquido. Cada uno de los tintes acabados se emplea para teñir e imprimir, en solitario o como mezclas de dos o más de los tintes de la presente invención.

En el caso de tintura por agotamiento, se tiñe la fibra de poliéster, la fibra conjugada y la fibra de mezcla con una solidez excelente por tintura a alta temperatura, tintura con vehículo y tintura continua. El colorante de fórmula (4) se puede utilizar individualmente o como una mezcla de derivados de fórmula (4) para tintura e impresión.

- 10 En el caso de impresión, se procesa la fibra de poliéster, los materiales textiles, con una excelente solidez por impresión directa o impresión por descarga.

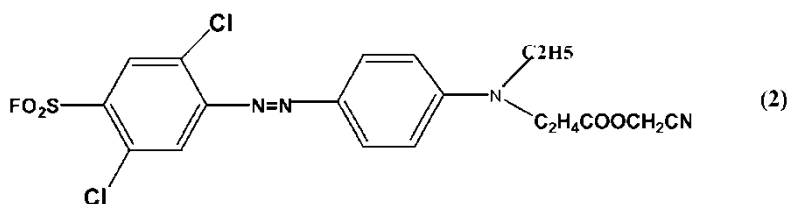
Se describirá una realización de la presente invención con mayor detalle haciendo referencia a los siguientes ejemplos, en los que las partes son en peso a no ser que se declare lo contrario.

Ejemplos

- 15 La presente invención se explica concretamente del siguiente modo.

Planteamiento de síntesis general y análisis

Se sintetiza la fórmula estructural (2), que no forma parte de la invención:



- 20 según el siguiente método:

se añaden 3 ml de ácido nitrosil sulfúrico al 40% a la mezcla de 2:5-diclorofluorosulfonil anilina, 2,0 g, ácido acético y ácido propiónico (86:14, 25 ml) a 0-5°C y se agita durante 2 horas por debajo de 5°C. Se disuelve, agente de acoplamiento, N-etil-N-cianometoxi carboniletilanilina (3-(etil(fenil)amino)propanoato de ciano metilo), 2,1 g, en metanol, 100 ml, y se añade la solución diazotizada sintetizada a esta solución de agente de acoplamiento, a 0-5°C.

- 25 Se agita la masa de reacción durante 1 hora por debajo de 5°C y se filtra el sólido cristalino y se lava con agua.

Se obtienen 7,0 g de torta húmeda al 50%. El rendimiento es 80%. La $\lambda_{\max}$ en acetona del compuesto de colorante de fórmula estructural (2) es 515 nm.

- 30 Y, a continuación, se muelen 2,0 g de la torta prensada húmeda obtenida con 2,0 g de condensado de ácido naftalensulfónico-formaldehído y 50 g de agua y 500 g de perlas de vidrio (el tamaño promedio es 0,8 mm de diámetro) durante 24 horas y, después de la molienda, se filtra la masa para separar las perlas de vidrio.

Se añaden los 20 g del líquido acabado obtenido a 100 ml de agua y se mantiene el pH 4 con ácido acético, y se añaden piezas de 10 g de poliéster al baño de tinte para tintura por agotamiento.

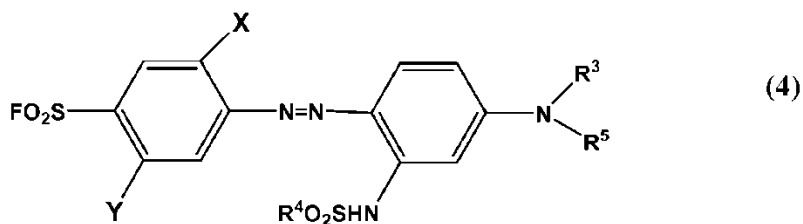
- 35 Se calienta el baño de tintura a 135°C y se mantiene durante 40 minutos. Después de un aclarado, lavado y secado apropiados, el material teñido proporciona un tono Rubine intenso con una excelente solidez al lavado, solidez a la luz y solidez a la sublimación.

Se evalúan las propiedades de solidez de las telas teñidas a través del siguiente método de ensayo.

La solidez al lavado según el método de ensayo AATCC 61 2A, la solidez a la luz según el método de ensayo ISO 105 B02 y ensayo de sublimación a 180 grados durante 30 segundos y a 210 grados durante 30 segundos.

Ejemplo-1:

- 40 Se sintetizan los colorantes de fórmula (4) aplicando los mismos métodos antes descritos en la sección "Planteamiento de síntesis general y análisis" para obtener los siguientes tintes que se describen en la tabla:

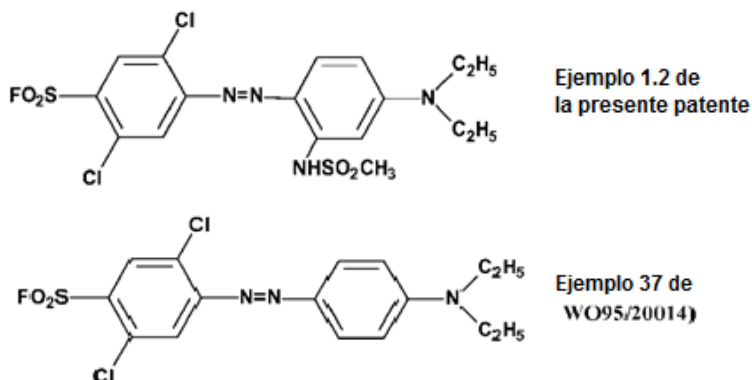


Ejemplo	X	Y	R ⁴	R ³ y R ⁵	λ _{max} (nm)
1-1	Cl	Cl	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	537
1-2	Cl	Cl	CH ₃	C ₂ H ₅	537
1-3	NO ₂	H	CH ₃	C ₂ H ₅	545
1-4	NO ₂	Cl	CH ₃	C ₂ H ₅	551
1-5	Cl	Cl	CH ₃	C ₄ H ₉ (n)	539

Estos colorantes proporcionan unos tonos muy brillantes y presentan excelente solidez al lavado, solidez a la luz y solidez a la sublimación.

Ejemplo comparativo 1

Para aumentar las propiedades de solidez a la luz del Ejemplo de colorante comparativo 37 de la publicación internacional WO95/20014, los autores de la presente patente introdujeron un sustituyente -NHSO₂CH₃ o -NHSO₂C₂H₅ en la posición 3-(meta) del componente de acoplamiento y, tras la comparación, los datos muestran claramente las propiedades superiores conseguidas a través de los cambios pretendidos:



Tinte	Solidez al lavado (WF)	Solidez a la sublimación (SF)	Solidez a la luz (LF)
Ejemplo-1-2 de la presente patente	Clase 4-5	Clase 5	Clase 5-6
Colorante comparativo 37 de la tabla 1 de la publicación internacional WO95/20014	Clase 3	Clase 3-4	Clase 3-4

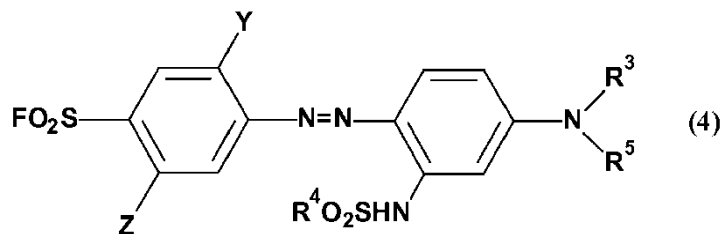
Solidez al lavado según el método de ensayo AATCC 61 2A, solidez a la luz según el método de ensayo ISO 105 B02 y ensayo a la sublimación a 180 grados durante 30 segundos y a 210 grados durante 30 segundos.

El tinte del ejemplo 1.2 de la presente patente y el tinte 37 de la publicación internacional WO95/20014 son productos químicos muy similares con la única excepción de la diferencia de -NHSO₂CH₃ en el componente de acoplamiento. Sin embargo, las diferencias de calidad son muy grandes, especialmente en la solidez a la luz, así como en la solidez a la sublimación y la solidez al lavado. Este ejemplo comparativo sirve para confirmar el planteamiento lógico de

introducir sustituyente $\text{-NHSO}_2\text{CH}_3$ para mejorar las propiedades de solidez a la luz con respecto al colorante comparativo 37 de la publicación internacional WO95/20014. La introducción del sustituyente $\text{-NHSO}_2\text{CH}_3$ proporciona una excelente solidez a la luz y también da como resultado la mejora de la solidez a la sublimación y la solidez al lavado.

REIVINDICACIONES

1. Tintes azo dispersos de fórmula (4):



5 en donde,

Y	Z	R ⁴	R ³ y R ⁵
Cl	Cl	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
Cl	Cl	CH ₃	C ₂ H ₅
NO ₂	H	CH ₃	C ₂ H ₅
NO ₂	Cl	CH ₃	C ₂ H ₅
Cl	Cl	CH ₃	C ₄ H ₉ (n)

10 2. Una composición de tinte disperso según la reivindicación 1 que comprende colorante azo seleccionado de la fórmula (4) o una mezcla de los mismos, agente de dispersión en el intervalo de 80% a 400% en peso de la mezcla de tintes y, opcionalmente, un agente de humectación en el intervalo de 0,1% a 20% en peso de la mezcla de tintes.

3. Material teñido según la reivindicación 1 o la reivindicación 2 como un solo componente o en combinación de dos o más colorantes.