



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 294 711**

51 Int. Cl.:
C09B 43/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **05747385 .2**

86 Fecha de presentación : **12.05.2005**

87 Número de publicación de la solicitud: **1765931**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **28.03.2007**

54 Título: **Colorantes monoazoicos.**

30 Prioridad: **19.05.2004 EP 04011856**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.04.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.04.2008

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

72 Inventor/es: **Schoefberger, Georg y**
Daettwyler, Urs

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

ES 2 294 711 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).

ES 2 294 711 T3

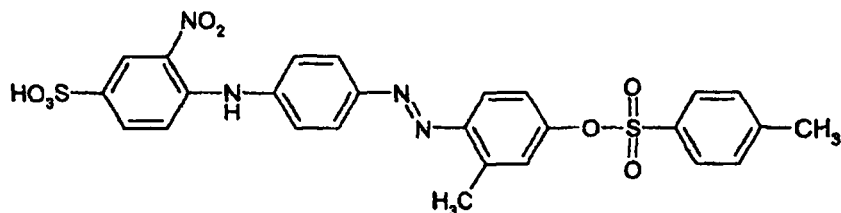
DESCRIPCIÓN

Colorantes monoazoicos.

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

C.I. Acid Orange 67 (CAS No. 12220-06-3; C.I. 14172)

10



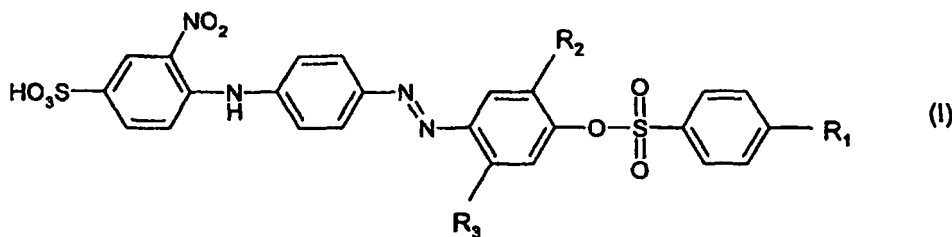
15

20 es bien conocido y se usa para teñir lana, poliamidas, cuero y papel. C.I. Acid Orange 67 es soluble en agua caliente, pero reprecipita parcialmente al enfriar. Esto conduce a imprecisiones con respecto a la concentración de colorante y de ahí a fluctuaciones con respecto a la formulación de la receta y afecta a la reproducibilidad. También impide la transferencia uniforme de recetas ideadas en laboratorio a la tintorería. Estos problemas se solucionan mediante los colorantes de la invención.

25

De acuerdo con esto, la invención proporciona compuestos de la fórmula generalmente (I)

30



35

40 donde

R₁ es alquilo C₃₋₆ no ramificado o alquilo C₃₋₆ ramificado

R₂ es H o metilo o alquilo C₂₋₄ no ramificado o alquilo C₃₋₄ ramificado

45

R₃ es H o metilo o alquilo C₂₋₄ no ramificado o alquilo C₃₋₄ ramificado o metoxi o -O-alquilo(C₂₋₄) no ramificado o -O-alquilo(C₃₋₄) ramificado o -NHCO-(alquilo C₁₋₄) con un grupo alquilo C₁₋₄ no ramificado o -NHCO-(alquilo C₃₋₄) con un grupo alquilo C₃₋₄ ramificado.

50

En compuestos preferidos de la fórmula (I)

R₁ es alquilo C₃₋₆ no ramificado o alquilo C₃₋₆ ramificado

55

R₂ es H o metilo

R₃ es H, metilo, metoxi, etoxi o acetilamino.

60

En compuestos particularmente preferidos de la fórmula (I)

R₁ es alquilo C₃₋₄ no ramificado o alquilo C₃₋₄ ramificado

R₂ es H

65

R₃ es H o metilo.

ES 2 294 711 T3

Se da preferencia muy particular a compuestos de la fórmula (I) en la que

R₁ es butilo terciario, 1-metilpropilo o 2-metilpropilo

R₂ es H

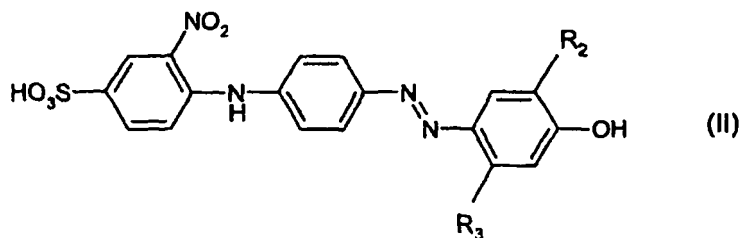
R₃ es H o metilo.

Se da preferencia además a compuestos de la fórmula (I) en la que R₁ es un grupo butilo terciario.

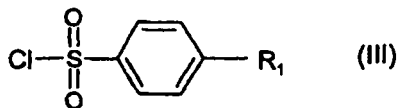
Los grupos alquilo C₃₋₆ ramificado o los grupos alquilo C₃₋₆ no ramificado pueden estar sustituidos además con grupos hidroxilo o grupos ciano. Preferiblemente, los grupos alquilo no están sustituidos adicionalmente.

La invención también proporciona un procedimiento para preparar compuestos de la fórmula (I). Los compuestos de la fórmula (I) se consiguen haciendo reaccionar los colorantes hidroxiazóicos con los cloruros de alquilbencenosulfonilo apropiados bajo condiciones conocidas.

En el procedimiento, compuestos de la fórmula (II)



se esterifican bajo condiciones básicas con los cloruros de sulfonilo apropiadamente sustituidos (III)



El pH de la solución de reacción se mantiene aproximadamente entre 8 y 11 y preferiblemente entre 9 y 9,5 usando una base. Bases útiles incluyen bases inorgánicas, especialmente hidróxidos o carbonatos de metales alcalinos o alcalinotérreos. La base preferida es un hidróxido de metal alcalino, tal como KOH o NaOH o LiOH, pero especialmente NaOH. Se usan preferiblemente en la forma de sus soluciones acuosas.

Los compuestos de partida de la fórmula (II) y los cloruros de sulfonilo empleados son compuestos conocidos o pueden prepararse de forma similar a métodos conocidos de elaboración partiendo de compuestos conocidos. Las calidades de tipo industrial de cloruros de para-alquilbencenosulfonilo contienen a menudo de 1 a 10% del correspondiente isómero beta.

Los colorantes de la fórmula (I) pueden aislarse del medio de reacción como para los procedimientos conocidos, por ejemplo, mediante desalado con una sal de metal alcalino, filtración y secado, si es apropiado bajo presión reducida a temperatura elevada.

Dependiendo de las condiciones de reacción y/o aislamiento, los colorantes de la fórmula (I) pueden obtenerse como ácido libre, como sal o como una sal mixta que contiene, por ejemplo, uno o más cationes seleccionado de iones de metales alcalinos, por ejemplo ion sodio, o un ion amonio o catión alquilamonio, por ejemplo cationes mono-, di- o tri-metil- o -etil-amonio. El colorante puede convertirse mediante técnicas convencionales del ácido libre en una sal o en una sal mixta o viceversa o de una sal en otra. Si se desea, los colorantes pueden purificarse adicionalmente mediante diafiltración, en cuyo caso las sales no deseadas y los subproductos sintéticos se separan del colorante aniónico en bruto. En la diafiltración, el colorante en bruto se fuerza a través de una membrana semipermeable bajo una presión aplicada para retirar sales y subproductos de síntesis y retirar parcialmente agua.

Los colorantes de la fórmula (I) y sus sales son particularmente adecuados para teñir o imprimir material fibroso que consiste en poliamidas naturales o sintéticas en matices amarillos. Los colorantes de la fórmula (I) y sus sales son adecuados para producir tintas de impresión por inyección de tinta y para usar estas tintas de impresión por inyección de tinta para imprimir material fibroso que consiste en poliamidas naturales o sintéticas.

ES 2 294 711 T3

De acuerdo con esto, la invención proporciona desde otro aspecto el uso de los colorantes de la fórmula (I), sus sales y mezclas para teñir o imprimir materiales fibrosos que consisten en 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 en poliamidas naturales o sintéticas.

El teñido se lleva a cabo como para procedimientos conocidos, véanse, 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 y 566-574. Se da preferencia al teñido en el procedimiento de agotamiento a una temperatura de 30 a 100°C, más preferiblemente de 80 a 100°C, y a una relación de licor en el intervalo de 3:1 a 40:1 (una relación de licor de 3:1 a 40:1 significa (3 partes en peso del baño de teñido):(1 parte en peso del sustrato que ha de teñirse) a (40 partes en peso del baño de teñido):(1 parte en peso del sustrato que ha de teñirse)).

El sustrato que ha de teñirse puede estar presente en forma de un hilo, una tela tejida, una tela o alfombra tricotada formando bucles, por ejemplo. Los teñidos menguados son incluso permanentemente posibles sobre sustratos delicados, siendo ejemplos lana de cordero, cachemira, alpaca y mohair.

Los colorantes de acuerdo con la presente invención y sus sales son altamente compatibles con colorantes ácidos conocidos. De acuerdo con esto, los colorantes de la fórmula (I), sus sales o mezclas pueden usarse solos en un procedimiento de teñido o impresión o también como un componente en una composición de teñido o impresión con matices de combinación 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 velocidades de agotamiento del baño de colorante sobre el sustrato. Los colorantes de la presente invención pueden usarse en particular junto con ciertos otros colorantes que tienen cromóforos adecuados. La relación en la que los colorantes están presentes en una composición de teñido o impresión con matices de combinación está dictada por la tonalidad que ha de obtenerse. Los nuevos colorantes de la fórmula (I), según se indica anteriormente, son muy útiles para teñir poliamidas naturales y sintéticas, es decir lana, seda y todos los tipos de nailon, sobre cada uno de los cuales se obtienen teñidos que tienen un alto nivel de solidez, especialmente buena solidez a la luz y buena solidez a la humedad (lavando a 50°C, transpiración alcalina). Los colorantes de la fórmula (I) y sus sales tienen una alta velocidad de agotamiento y fijación. La capacidad de los colorantes de la fórmula (I) y sus sales para acumularse es asimismo buena. Los teñidos de un tono sobre los sustratos identificados son de excelente calidad. Por otra parte, todos los teñidos tienen una tonalidad constante bajo luz artificial. Además, la solidez al decatizado y la ebullición es buena.

Una ventaja decisiva de los nuevos colorantes es la estabilidad de las soluciones de reserva y los licores de teñido producidos con los mismos.

Los compuestos de acuerdo con la invención pueden usarse 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 generales, el valor de agotamiento, etc. Los teñidos con matices de combinación obtenidos tienen solideces similares a los teñidos con el colorante individual.

Los colorantes de la invención de la fórmula (I) también pueden usarse como componentes amarillos en teñido o impresión tricromáticos. El teñido o la impresión tricromáticos pueden utilizar todos los procedimientos de teñido e impresión habituales y conocidos, tales como, por ejemplo, el procedimiento continuo, el procedimiento de agotamiento, el procedimiento de teñido con espuma y el procedimiento de inyección de tinta.

La composición de los componentes individuales del colorante en la mezcla de colorante tricromático usada en el procedimiento de la invención depende de la tonalidad deseada. Una tonalidad parda, por ejemplo, utiliza preferiblemente 55-65% en peso del componente amarillo de la invención, 20-30% en peso de un componente rojo y 10-20% en peso de un componente azul.

Componentes azules y/o rojos particularmente preferidos se describen en DE3313337.

En los ejemplos que siguen, las partes y los porcentajes son en peso y las temperaturas se presentan en grados Celsius.

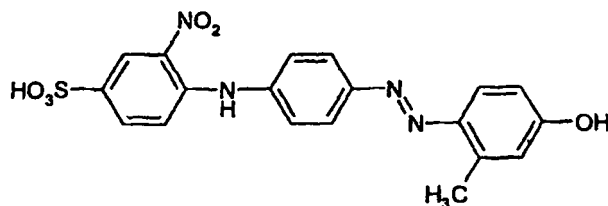
Ejemplo de Preparación 1

Se disuelven 30,9 partes de 4-amino-2'-nitro-4'-sulfo-1,1'-difenilamina en 200 partes de agua a un pH de 9,5 mediante la adición de solución acuosa de hidróxido sódico al 30%. Después de la adición de 7 partes de nitrito sódico, esta solución se introduce en una mezcla de 40 partes de agua, 40 partes de hielo y 27,5 partes de ácido clorhídrico al 30%. Después de media hora el nitrito en exceso se destruye con ácido sulfámico y se añade una solución de 10,8 partes de m-cresol en 40 partes de agua y 10 partes de solución acuosa de hidróxido sódico al 30% en el transcurso de una hora. Al mismo tiempo, el pH se mantiene en 8 con solución acuosa de hidróxido sódico al 30%.

ES 2 294 711 T3

La suspensión resultante del colorante monoazoico de la estructura

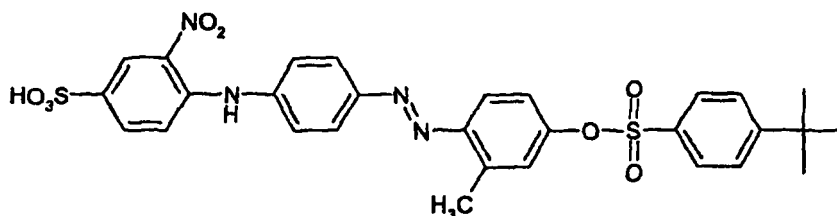
5



10

15 se disuelve con 12 partes de solución acuosa de hidróxido sódico al 30% a 85°. Se añaden a esta solución 24 partes de cloruro de terc-butilbenceno-4-sulfonilo en el transcurso de 30 minutos a una velocidad uniforme. Al mismo tiempo, el pH se mantiene entre 9 y 9,5 mediante la adición de solución acuosa de hidróxido sódico al 30%. La adición de 5 partes de cloruro sódico es seguida por enfriamiento hasta temperatura ambiente y filtración. El colorante obtenido se ajusta a la estructura

20



25

30

y tiñe lana y poliamidas sintéticas en una tonalidad amarilla dorada brillante que tiene buenas solidez. Las soluciones de reserva producidas a partir del mismo permanecen transparentes durante varias semanas incluso a temperatura ambiente. Su valor de λ_{\max} , medido en dimetilformamida/agua 1:1, es 439 nm.

35

(Tabla pasa a página siguiente)

40

45

50

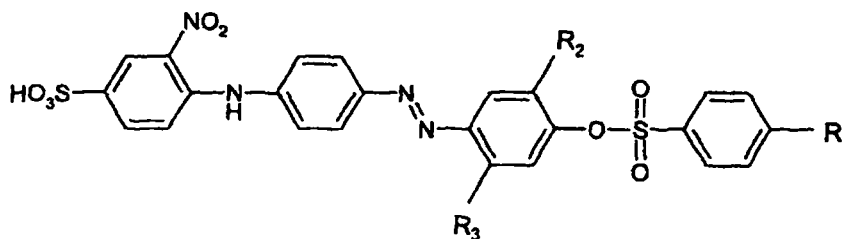
55

60

65

ES 2 294 711 T3

Los siguientes ejemplos pueden realizarse de forma similar al Ejemplo de Preparación 1:



Ejemplo	R ₁	R ₂	R ₃	λ _{max}
2	$\text{---CH}_2\text{---CH}_2\text{---CH}_2\text{---CH}_3$	H	-CH ₃	439
3	$\begin{array}{c} \text{---CH---CH}_2\text{---CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	H	-CH ₃	439
4	$\begin{array}{c} \text{---CH}_2\text{---CH---CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	H	-CH ₃	439
5	$\text{---CH}_2\text{---CH}_2\text{---CH}_3$	H	-CH ₃	439
6	$\begin{array}{c} \text{---CH---CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	H	-CH ₃	439
7	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{---C---C---CH}_3 \\ \quad \\ \text{H}_2 \\ \text{CH}_3 \end{array}$	H	-CH ₃	439
8	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{---C---CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	-CH ₃	H	442
9	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{---C---CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	H	H	442
10	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{---C---CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	H	-OCH ₃	447
11	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{---C---CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	H	-NHCOCH ₃	452
12	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{---C---C---CH}_3 \\ \quad \\ \text{CH}_3 \quad \text{H}_2 \end{array}$	H	H	441

ES 2 294 711 T3

(Continuación)

Ejemplo	R_1	R_2	R_3	λ_{\max}
13	$\begin{array}{c} \text{---CH---CH}_2\text{---CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	-CH ₃	H	442
14	$\begin{array}{c} \text{---CH---CH}_2\text{---CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	H	H	441
15	$\begin{array}{c} \text{---CH---CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	CH ₃	H	442
16	$\text{---CH}_2\text{---CH}_2\text{---CH}_2\text{---CH}_3$	CH ₃	H	442
17	$\begin{array}{c} \text{---CH---CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	H	-NHCOCH ₃	452
18	$\text{---CH}_2\text{---CH}_2\text{---CH}_3$	-CH ₃	-CH ₃	450

Serie de pruebas comparativas 1

Un Nylsuisse-Tricot se tiñó de acuerdo con el Ejemplo de Uso A (véase posteriormente) hasta una Intensidad Estándar $3x1/1 = 1,80\%$ y se han realizado las siguientes pruebas:

Transpiración ISO105-E04

La probeta y telas adyacentes se humedecieron a fondo en una solución de transpiración alcalina que contenía:

0,5 g de monohidrato de monohidrocloruro de 1-histidina

5 g de cloruro sódico

2,5 g de dihidrato de hidrogenofosfato disódico (ajustado hasta pH 8 con sosa cáustica 1 N) por litro a temperatura ambiente y una relación de licor de 50:1 y dejados durante 30 min, la solución en exceso se separó por vertido, la probeta se puso entre dos placas de vidrio bajo una presión de 12,5 kPa (5 kg/40 cm²) y se puso en un horno de secado durante 4 h a 37°C. Sin enjuagar, las muestras se colgaron hasta sequedad en aire caliente a 60°C máximos.

Lavado doméstico ISO 105-C06/B2S, 50°C y lavado doméstico ISO 105-C06/BS2, 60°C

La probeta se pone con tela no teñida adyacente en un vaso de precipitados de acero (550 ml de volumen) y se trata con solución de detergente (40 g/l de Detergente de Prueba B que contiene fosfato de ECE) y 1 g/l de tetrahidrato de perborato sódico, 25 bolas de acero durante 30 minutos en el Launder-Ometer (la cantidad total de licor era 150 ml). La muestra se enjuagó y se colgó hasta sequedad en aire caliente a 60°C máximo.

Evaluación de acuerdo con la coloración en escala de grises ISO 105-A03

Se usó para la evaluación una escala de grises de 5 etapas que consistía en 5 pares de muestras de género de tejido gris y blanco que ilustran las diferencias de color percibidas correspondientes a las puntuaciones de solidez, 5, 4, 3, 2 y 1. La determinación o puntuación de solidez corresponde al número de la escala de grises que está más cerca de la distancia de color percibida entre la tela adyacente original y la tela adyacente tratada (medio camino entre dos etapas adyacentes = puntuación intermedia, por ejemplo, 2-3)

ES 2 294 711 T3

	puntuación de PA 66 (tela adyacente coloreada en su mayor parte)		
5	Prueba realizada	C.I. Acid Orange 67	Colorante del Ejemplo 1
	Transpiración ISO 105-E04	2,8	3,5
10	Colada doméstica ISO 105-C06/B2S, 50°C	2,0	2,7
15	Colada doméstica ISO 105-C06/B2S, 60°C	1,2	1,6

Serie de pruebas comparativas 2

Una gabardina de algodón se tiñó de acuerdo con el Ejemplo de Uso C (véase posteriormente) hasta una intensidad estándar $3 \times 1/1 = 2,25\%$ y se han realizado las siguientes pruebas:

Agua caliente 70°C, ISO 105-E08

La probeta y las telas adyacentes se enrollaron estrechamente alrededor de un cilindro de vidrio, un hilo se arrolló de forma floja sobre ellos y se trató durante 30 min a 70°C en agua ligeramente ácida (pH 6 con ácido acético), relación de licor 30:1. La probeta se retiró del cilindro de vidrio, se escurrió y se colgó sin enjuagar hasta sequedad en aire caliente a 60°C máximo. Determinación: tela adyacente: coloración de acuerdo con ISO 105-A03 (véase anteriormente).

Molienda alcalina, ISO 105-E12

La probeta y las telas adyacentes con 50 bolas de acero inoxidable se pusieron en un vaso de precipitados de acero (550 ml de volumen). Se añadió solución de molienda (50 g/l de jabón y 10 g/l de carbonato sódico anhidro) a una relación de licor 3:1 y se trató durante 2 h a 40°C en el Launder-Ometer. A continuación, la relación de licor de 100:1 se ajustó con agua desmineralizada caliente a 40°C y se trató durante otros 10 min. La probeta se enjuagó en agua desmineralizada fría y a continuación en agua corriente fría durante 10 min, se escurrió y se colgó hasta sequedad en aire caliente a 60°C máximo. Determinación: tela adyacente: coloración de acuerdo con ISO 105-A03 (véase anteriormente).

Agua ISO 105-E01

La probeta con las telas adyacentes se humedecieron completamente con agua desmineralizada a temperatura ambiente y el agua en exceso se vertió. La probeta se puso entre dos placas de vidrio sometidas a una presión de 12,5 kPa (5 kg/40 cm²) y se pusieron en un horno de secado durante 4 h a 37°C. Sin enjuagar, las probetas se colgaron hasta sequedad en aire caliente a 60°C máximo. Determinación: tela adyacente: coloración de acuerdo con ISO 105-A03 (véase anteriormente).

	puntuación de tela adyacente coloreada en su mayor parte (¹) = lana, (²) = PA 66)		
55	Prueba realizada	C.I. Acid Orange 67	Colorante del Ejemplo 1
60	Agua caliente, 70°C, ISO 105-E08	2,6 ¹)	3,81)
	Molienda alcalina, ISO 105-E12	2,2 ¹)	3,4 ¹)
65	Lavado 40°C, Agua ISO 105-E01	3,2 ²)	4,1 ²)

ES 2 294 711 T3

Serie de pruebas comparativas 3

En 160 ml de agua, una cierta cantidad de materia tintórea se disolvió a 90°C y la solución resultante se diluyó hasta 200 ml añadiendo agua a 90°C. Esta solución se puso en un baño de agua mantenido a 25°C y después de que la solución de colorante estuviera a 25°C la solución de colorante se dejó durante 48 horas sin agitar o remover a 25°C.

La solución se inspeccionó visualmente en primer lugar y a continuación se filtró a través de dos capas de filtros de papel de 70 mm de diámetro (Typ 1450 CV obtenible de Schleicher & Schuell MicroScience GmbH Hahnestr. 3; D-37586 Dassel). El tiempo para el paso de los 200 ml de la solución de colorante se midió y el filtro superior se inspeccionó visualmente. Se administra en grados y un grado de 5 significa sin residuo, 4 significa pocos residuos finos, 3 significa residuos más grandes, 2 significa residuos gruesos y 1 significa una capa compacta de materia tintórea precipitada.

Concentración de la solución	Aspecto de la solución después de las 48 horas		Grado de la inspección visual del filtro superior		Tiempo para el paso de los 200 ml de solución de colorante a través de las 2 capas de filtro	
	C.I. Acid Orange67	Colorante del Ej. 1	C.I. Acid Orange67	Colorante del Ej. 1	C.I. Acid Orange67	Colorante del Ej. 1
6 g/litro	1)	2)	4	4	16 s	6 s
12 g/litro	1)	2)	3	3 a 4	27 s	7 s
20 g/litro	1)	2)	2 a 3	3	33 s	7 s
30 g/litro	1)	2)	1 a 2 (residuo)	2 a 3	95 s	8 s

1) después de enfriar se volvía inmediatamente turbia
2) permanecía transparente después de enfriar

Ejemplo de uso A

En un baño de tinte de 40°C, que consiste en 2000 partes de agua, 1 parte de un agente de igualación débilmente activo catiónicamente que se basa en una amida de ácido graso aminopropílico etoxilado y que tiene afinidad para colorante, 0,5 partes del colorante del Ejemplo de Preparación 1, y ajustada hasta pH 5 con 1-2 partes de ácido acético al 40%, se introducen 100 partes de tela de nailon 6. Después de 10 minutos a 40°C, el baño de colorante se calienta hasta 98°C a una velocidad de 1°C por minuto y a continuación se deja a ebullición durante 45-60 minutos. Posteriormente, se enfría hasta 70°C durante 15 minutos. El material teñido se retira del baño, se enjuaga con agua caliente y a continuación fría y se seca. El resultado obtenido es un material teñido de poliamida amarillo que posee buenas solidez a la luz y la humedad.

Ejemplo de uso B

En un baño de tinte de 40°C, que consiste en 2000 partes de agua, 1 parte de un agente de igualación débilmente activo catiónicamente que se basa en una amida de ácido graso aminopropílico etoxilado y que tiene afinidad para colorante, 0,5 partes del colorante del Ejemplo de Preparación 1, y ajustada hasta pH 5,5 con 1-2 partes de ácido acético al 40%, se introducen 100 partes de tela de nailon 6,6. Después de 10 minutos a 40°C, el baño de colorante se calienta hasta 120°C a una velocidad de 1,5°C por minuto y a continuación se deja a esta temperatura durante 15-25 minutos. Posteriormente, se enfría hasta 70°C durante 25 minutos. El material teñido se retira del baño, se enjuaga con agua caliente y a continuación fría y se seca. El resultado obtenido es un material teñido de poliamida amarillo con buena igualación y que tiene buenas solidez a la luz y la humedad.

Ejemplo de uso C

En un baño de colorante a 40°C, que consiste en 4000 partes de agua, 1 parte de un agente de igualación débilmente anfótero que se basa en una amida de ácido graso etoxilado sulfatado y que tiene afinidad para colorante, 0,8 partes del colorante del Ejemplo de Preparación 1, y ajustada hasta pH 5 con 1-2 partes de ácido acético al 40%, se introducen 100 partes de tela de lana. Después de 10 minutos a 40°C, el baño de colorante se calienta hasta ebullición a una velocidad de 1°C por minuto y a continuación se deja a ebullición durante 40-60 minutos. Posteriormente, se enfría hasta 70°C durante 20 minutos. El material teñido se retira del baño, se enjuaga con agua caliente y a continuación

ES 2 294 711 T3

fría y se seca. El resultado obtenido es un material teñido de lana amarillo que posee buenas solidez a la luz y la humedad.

Ejemplo de uso D

- 5 100 partes de un material de nailon 6 tejido se fulardean con un licor a 50°C que consiste en
- 40 partes del colorante del Ejemplo de Preparación
- 10 100 partes de urea
- 20 partes de un solubilizante no iónico basado en butildiglicol
- 15-20 partes de ácido acético (para ajustar el pH hasta 4)
- 15 10 partes de un agente de igualación débilmente catiónicamente activo que se basa en una amida de ácido graso aminopropílico etoxilado y tiene afinidad para colorante, y
- 20 810-815 partes de agua (para llegar hasta 1000 partes de licor de fulardeo).

El material así impregnado se enrolla y se deja humedecer 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 la fijación. El material teñido se enjuaga a continuación con agua caliente y fría y se seca. El resultado obtenido es un material teñido de nailon amarillo que tiene buena igualación en la pieza y buenas solidez a la luz y humedad.

Ejemplo de uso E

Un material de lámina de pelo cortado textil compuesto por nailon 6 y que tiene una tela de base sintética se fulardea con un licor que contiene, por 1000 partes

- 30 2 partes de colorante del Ejemplo de Preparación 1
- 4 partes de un espesante disponible comercialmente basado en éter de harina de algarroba
- 35 2 de un aducto de óxido de etileno no iónico de un alquilfenol superior
- 1 parte de ácido acético al 60%.

Esto es seguido por impresión con una pasta que, por 1000 partes, contiene los siguientes componentes:

- 40 20 partes de alquilamina grasa alcoxilada disponible comercialmente (producto de desplazamiento)
- 20 partes de un espesante disponible comercialmente basado en éter de harina de algarroba.

45 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 igualado que tiene un diseño amarillo y blanco.

Ejemplo de uso F

50 En un baño de colorante a 40°C, que consiste en 2000 partes de agua, 1 parte de un agente de igualación débilmente catiónicamente activo que se basa en una amida de ácido graso aminopropílico etoxilado y tiene afinidad para colorante, 0,5 partes del colorante del Ejemplo de Preparación 1, 0,4 partes de una preparación disponible comercialmente de C.I. Acid Red 336 y 0,5 partes de una preparación disponible comercialmente de C.I. Acid Blue 350, ajustada hasta pH 5 con 1-2 partes de ácido acético al 40%, se introducen 100 partes de tela de lana tejida. Después de 10 minutos

55 a 40°C, el baño de colorante se calienta hasta 98°C a una velocidad de 1°C por minuto y a continuación se deja a ebullición durante de 45 a 60 minutos. Esto es seguido por enfriamiento hasta 70°C durante 15 minutos. El material teñido se retira del baño, se enjuaga con agua caliente y a continuación fría y se seca. El resultado obtenido es un material teñido de lana parda igualado que tiene buenas solidez a la luz y la humedad.

Ejemplo de uso G

60 100 partes de un cuero de flor afeitada-húmeda, curtido con cromo y recurtido sintéticamente, se tiñen 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 una emulsión al 60% de un aceite de pescado al sulfito, el cuero se trata con licor craso durante

65 45 minutos. A continuación, 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 a continuación, se deja secar por goteo y se acaba como es habitual. El resultado obtenido es un cuero teñido en una tonalidad amarilla clara igualada con buenas solidez.

ES 2 294 711 T3

Los Ejemplos de Uso A a G también pueden llevarse a cabo con los colorantes 2 a 18 con resultados similares.

Ejemplo de uso H

5 Se disuelven 3 partes del colorante del Ejemplo de Preparación 3 en 82 partes de agua desmineralizada y 15 partes de dietilenglicol a 60°C. El enfriamiento hasta temperatura ambiente da una tinta de impresión amarilla que es muy altamente adecuada para impresión por inyección de tinta sobre papel o poliamida y productos textiles de lana.

10 El Ejemplo de Uso H también puede llevarse a cabo con los colorantes 1 ó 2 y 4 a 18 con resultados similares.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

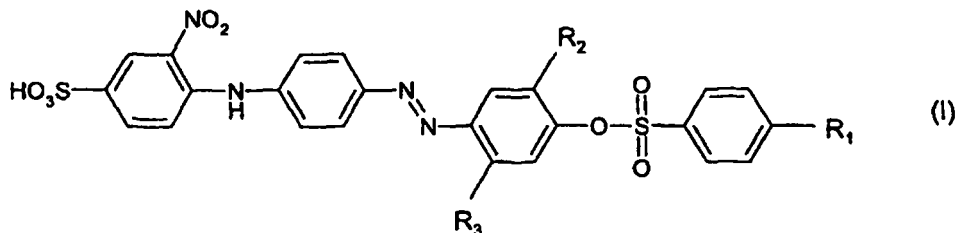
55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Compuestos de la fórmula generalmente (I)



donde

20 R₁ es alquilo C₃₋₆ no ramificado o alquilo C₃₋₆ ramificado

R₂ es H o metilo o alquilo C₂₋₄ no ramificado o alquilo C₃₋₄ ramificado

25 R₃ es H o metilo o alquilo C₂₋₄ no ramificado o alquilo C₃₋₄ ramificado o metoxi o -O-alquilo(C₂₋₄) no ramificado o -O-alquilo(C₃₋₄) ramificado o -NHCO-(alquilo C₁₋₄) con un grupo alquilo C₁₋₄ no ramificado o -NHCO-(alquilo C₃₋₄) con un grupo alquilo C₃₋₄ ramificado.

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

30 R₁ es alquilo C₃₋₆ no ramificado o alquilo C₃₋₆ ramificado

R₂ es H o metilo

35 R₃ es H, metilo, metoxi, etoxi o acetilamino.

3. Compuestos de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizados** porque

40 R₁ es alquilo C₃₋₄ no ramificado o alquilo C₃₋₄ ramificado

R₂ es H

R₃ es H o metilo.

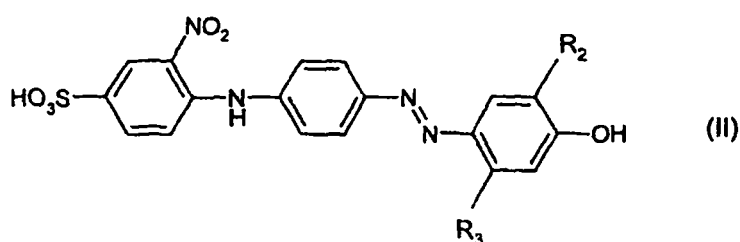
4. Compuestos de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizados** porque

45 R₁ es butilo terciario, 1-metilpropilo o 2-metilpropilo

R₂ es H

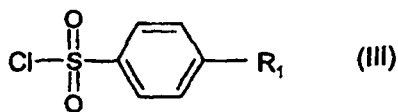
50 R₃ es H o metilo.

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



ES 2 294 711 T3

se esterifican bajo condiciones básicas con los cloruros de sulfonilo apropiadamente sustituidos (III)



donde el sustituyente tiene los significados indicados en la reivindicación 1.

10 6. Uso de los compuestos de la fórmula (I) de acuerdo con la reivindicación 1, para teñir y/o imprimir sustratos orgánicos.

15 7. Uso de los compuestos de la fórmula (I) de acuerdo con la reivindicación 1, para teñir y/o imprimir lana, seda y poliamidas sintéticas.

8. Uso de los compuestos de la fórmula (I) de acuerdo con la reivindicación 1, para producir tintas de impresión para el procedimiento de inyección de tinta.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65