



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 295 732**

51 Int. Cl.:  
**C09B 29/08** (2006.01)  
**C09B 29/02** (2006.01)  
**C09B 29/085** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **04014451 .1**  
86 Fecha de presentación : **02.04.2002**  
87 Número de publicación de la solicitud: **1466947**  
87 Fecha de publicación de la solicitud: **13.10.2004**

54 Título: **Compuesto AZO.**

30 Prioridad: **03.04.2001 GB 0108318**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.04.2008**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.04.2008**

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

72 Inventor/es: **Egli, Robert;**  
**Eich, Oliver y**  
**Göke, Knut**

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

ES 2 295 732 T3

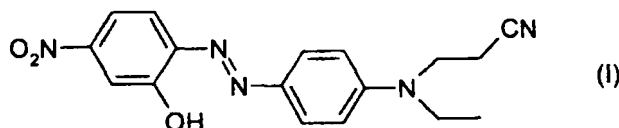
Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar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

Compuesto AZO.

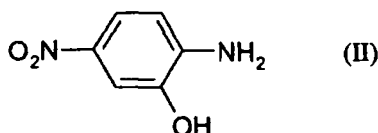
5 La presente invención se relaciona con tintas dispersas novedosas, con su preparación, y con el uso de estas para teñir e imprimir materiales hidrófobos regenerados o sintéticos y/o mezclas que comprende los materiales hidrófobos regenerados o sintéticos.

La presente invención se relaciona con un colorante novedoso de fórmula (I)

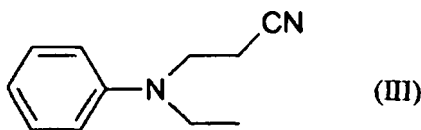


El compuesto novedoso arriba mencionado así como las mezclas de estos es un colorante disperso muy útil.

20 La producción de este colorante se lleva a cabo por el acoplamiento de una amina diazotizada de fórmula (II)



con una amina de fórmula (III)



La diazotización y el acoplamiento se realizan por procesos conocidos comúnmente.

30 La diazotización se realiza, por ejemplo utilizando nitrito de sodio en medio acuoso ácido. La diazotización también se puede realizar utilizando otros agentes de diazotización, por ejemplo ácido nitrosulfúrico. Un ácido adicional se puede presentar en el medio de reacción durante la diazotización, por ejemplo ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido acético, ácido propiónico, ácido clorhídrico o mezclas de estos ácidos, por ejemplo mezclas de ácido fosfórico, y ácido acético. La diazotización convenientemente se realiza dentro del rango de temperatura entre -10 y 10°C, preferiblemente de 0°C a 5°C.

45 El acoplamiento del compuesto diazotizado de fórmula (II) al componente del acoplamiento de fórmula (III) se realiza de manera conocida, por ejemplo en medio ácido, acuoso o orgánico-acuoso, preferiblemente dentro del rango de temperatura de 0°C a 50°C, más preferiblemente de 20°C a 40°C. Los ácidos utilizados son, por ejemplo ácido clorhídrico, ácido acético, ácido sulfúrico o ácido fosfórico. Por ejemplo la diazotización y el acoplamiento se pueden realizar en el mismo medio de reacción.

Los nitritos de metal alcalino, tal como, por ejemplo, nitrito de sodio, en forma sólida o como en solución acuosa, o en ácido nitrosulfúrico se emplean como los agentes nitrosantes.

55 La preparación del ion diazonio, usualmente por la reacción con exceso de ácido nitroso o similares tal como el ácido nitrosulfúrico a temperatura baja para formar el ion electrofílico Aril-N<sub>2</sub><sup>+</sup> se revela en la literatura por ejemplo Advanced Organic Chemistry, Fieser&Fieser, pages 736-740 o Organische Chemie, K.Peter C.Vollhardt, pages 1154-1157, 1 Auflage 1988.

60 Los compuestos de fórmulas (II) y (III) se conocen o pueden ser fácilmente producidos de una manera familiar para alguien de habilidad en el oficio.

65 El colorante nuevo de fórmula (I) así como las mezclas de este se puede utilizar para teñir e imprimir materiales de fibra hidrófoba semisintética y, preferiblemente, sintéticas, especialmente materiales textiles. Los materiales textiles que consisten de telas combinadas que contienen tales materiales semi-sintéticos de fibras hidrófobas también se pueden teñir o imprimir por medio de las tintas de esta invención.

## ES 2 295 732 T3

Los apropiados materiales textiles semisintéticos son principalmente celulosa-2½ acetato, poliamidas triacetato de celulosa y poliésteres de peso molecular alto así como mezclas de estos con celulosa.

5 Los materiales textiles hidrófobos sintéticos consisten principalmente de poliéster aromático lineal, por ejemplo de aquellos que consisten del ácido tereftálico y glicoles, en particular etilenglicol o condensado del ácido tereftálico y 1,4-bis (hidroximetil)ciclohexano; de policarbonatos, por ejemplo aquellos que consisten de  $\alpha,\alpha$ -dimetil-4,4'-dihidroxidifenilmetano y fosgeno, y de fibras con base en el polivinil cloruro y poliamida.

10 Los materiales sintéticos hidrófobos pueden estar en la forma de estructuras como-hojas o como-hilos, y se pueden transformar, por ejemplo, para hilados o tejidos, géneros de punto o tejidos textiles para hacer lazos. Las tintas novedosas también apropiadas para teñir material sintético hidrófobo, en forma de micro fibras.

15 Es conveniente convertir las tintas novedosas de acuerdo con la fórmula (I) antes de utilizar en una formulación de tinta. Esto se hace moliendo la tinta a un tamaño de partícula promedio de 0.1 a 10 micrones. La molienda se puede realizar en la presencia de dispersantes. Usualmente, la tinta húmeda se muele con un dispersante, y en lo sucesivo se seca bajo vacío o mediante secado por aspersion. Las pastas de impresión y baños de tinta se pueden preparar adicionando agua a la formulación así obtenida.

20 El colorante nuevo de acuerdo con la fórmula (I) se aplica a los materiales textiles por métodos conocidos de pigmentación o impresión, por ejemplo aquellos descritos en la Aplicación de la Patente Francesa No. 1.445.371.

25 Usualmente, Los materiales de fibra de poliéster se tiñen de una dispersión acuosa por el proceso de cámara de escape en la presencia de dispersantes habituales aniónicos o no-iónicos y en la presencia o ausencia de agentes de hinchamiento habituales (excipiente) en el rango de temperatura de 65°C a 140°C.

La Celulosa-2½-acetato preferiblemente se tiñe a una temperatura de 65°C a 85°C y el triacetato de celulosa a temperaturas hasta 115°C.

30 La tinta novedosa es apropiada para teñir mediante el proceso termosol, para el proceso de cámara de escape, el proceso continuo y para impresión como para procesos de imágenes módem, por ejemplo impresión de termotransferencia, impresión ink-jet, impresión inkjet de fusión en caliente o por procesos convencionales de impresión.

35 El proceso termosol, el proceso de cámara de escape y el proceso continuo son procesos de tintura bien conocidos y se describen por ejemplo en M. Peter and H.K. Rouette: "Grundlagen der Textilveredelung; Handbuch der Technologie, Verfahren und Maschinen", 13th revised Edition, 1989, Deutscher Fachverlag GmbH, Frankfurt am Main, Germany, ISBN 3-87150-277-4; en donde las siguientes páginas son de especial interés: páginas 460-461, 482-495, 556-566 y 574-587.

40 En el proceso de impresión inkjet, gotitas individuales de la tinta se vaporizan de una boquilla sobre un sustrato de una manera controlada. El método inkjet continuo y el método gota a pedido se emplean predominantemente para este propósito. En el caso del método inkjet continuo, las gotitas se producen continuamente y las gotitas no necesarias para la impresión se desvían a un recipiente de colección y se reciclan. En el caso del método discontinuo gota a pedido, por contraste, las gotitas se generaron y la impresión según se desea, i.e. las gotitas únicamente se generan cuando estas son necesarias para la impresión. Las gotitas se pueden generar por ejemplo por medio de una cabeza inkjet piezo o por medio de energía térmica (burbuja jet).

45 En la impresora inkjet de fusión en caliente las tintas de fusión en caliente sólidas se cargan en una impresora capaz de fundir la tinta en la cabeza de la impresora inkjet, expulsando la tinta líquida que rápidamente se resolidifica en el impacto con un sustrato. Las impresoras inkjet de fusión en caliente convencionales operan con un cabezal de impresión y una temperatura inkjet de aproximadamente 120 a aproximadamente 150°C. A aquellas temperaturas, la tinta sólida se funde a un líquido de viscosidad baja, por lo general aproximadamente 8 a 25 cP cuando se mide a temperatura de chorro.

50 Los procesos de impresión convencionales son bien conocidos y difieren en la manera en que la tinta de impresión o pasta de impresión se transfiere al sustrato: Por ejemplo, las tintas o pastas se pueden aplicar por tipo levantado (por ejemplo imprenta de letra, flexografía), de una superficie plana (litografía), de una superficie suspendida (calcografía) o a través de una plantilla (serigrafía). Los diferentes métodos de aplicación y diferentes sustratos requieren diferentes propiedades en la tinta.

60 Los tintes se realizan de un licor acuoso mediante un proceso de cámara de escape, y la ración del licor se puede escoger de un amplio rango, por ejemplo de 1:4 a 1:100, preferiblemente de 1:6 a 1:50.

El tiempo de tintura es de 20 a 90 minutos, preferiblemente de 30 a 60 minutos.

65 Los licores de tinta adicionalmente pueden comprender otros aditivos, por ejemplos auxiliares de tintura, dispersantes, agentes de humectación y antiespumantes.

## ES 2 295 732 T3

El licor también puede comprender ácidos minerales, tales como ácido sulfúrico o ácido fosfórico, o convenientemente también ácidos orgánicos, por ejemplo ácido fórmico o ácido acético y/o sales, tales como acetato de amonio, sulfato de amonio o sulfato de sodio. Los ácidos principalmente sirven para ajustar el pH de los licores de tinta, el cual preferiblemente está en el rango de 4 a 5.

5 La tinta dispersa comúnmente está presente en los licores de tinta en la forma de una dispersión fina. Los dispersantes apropiados para la preparación de esta dispersión son por ejemplo dispersantes aniónicos, tales como ácido sulfónico aromático/formaldehído condensado, aceite de cresol sulfonado/formaldehído condensado, sulfonatos de lignina o copolímeros de derivados del ácido acrílico, preferiblemente ácido sulfónico aromático/formaldehído condensado o lignina sulfonatada, o dispersantes no-iónicos con base en óxidos polialquilenos obtenibles, por ejemplo, por reacción de poliadición a partir del óxido de etileno o del óxido de propileno. Otros dispersantes apropiados se enumeran en US 4,895,981 o en US 5,910,624.

15 Las tintas o pastas apropiadas comprenden a) al menos la tinta de la fórmula (I) b) agua o un medio que incluye una mezcla de agua y un solvente orgánico, un solvente orgánico anhidro o un sólido que tiene un punto de fusión bajo, y c) opcionalmente otros aditivos.

20 Las tintas o pastas preferiblemente incluyen una cantidad total de tinta de la fórmula anterior (I), que esta en el rango de 1 a 35% en peso, especialmente en el rango del 2 al 35% en peso, preferiblemente en el rango del 2 al 30% en peso, más preferiblemente en el rango del 2.5 al 20% en peso, con base en el peso total de la tinta o la pasta.

25 Las tintas incluyen 99-65% en peso, especialmente 98-65% en peso, preferiblemente 98-70% en peso, más preferiblemente 97.5-80% en peso, de un medio arriba mencionado b), que incluye agua o una mezcla de agua y un solvente orgánico, un solvente orgánico anhidro o un sólido que tiene un punto de fusión bajo.

30 Cuando dicho medio b) es una mezcla que incluye agua y un solvente orgánico o un solvente orgánico anhidro, luego la tinta de la fórmula (I) o mezclas de estos preferiblemente se disuelven completamente en este medio.

35 Preferiblemente la tinta de las fórmulas (I) o mezclas de estos tienen una solubilidad de no menos del 2.5% en peso en este medio b) 0 a 20°C.

40 Cuando la composición de la tinta de la invención se utiliza para la impresión en sustratos de papel o sustratos hidrófobos fabricados de acetato-, poliéster-, poliamida-, poliacrilonitrilo-, polivinilcloruro- o poliuretano- polímeros y mezclas de estos, las tintas preferiblemente se utilizan junto con las siguientes composiciones.

45 Cuando el medio es una mezcla de agua y un solvente orgánico, la relación en peso de agua con el solvente orgánico esta preferiblemente en el rango de 99:1 a 1:99, más preferiblemente en el rango de 99:1 a 50:50, se prefiere particularmente en el rango de 95:5 a 80:20.

50 Es preferible que el solvente orgánico que se incluye en la mezcla con agua, sea un solvente soluble en agua o una mezcla de varios solventes solubles en agua. Los solventes orgánicos solubles en agua preferidos son los alcoholes C<sub>1-6</sub>, preferiblemente metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, sec-butanol, ter-butanol, n-pentanol, ciclo-pentanol y ciclohexanol; amidas lineales, preferiblemente dimetilformamida o dimetilacetamida; cetonas y alcoholes ceto, preferiblemente acetona, metil etil cetona, ciclohexanona y 4-hidroxi-4-metil-2-pentanona; éteres miscibles en agua, preferiblemente tetrahidrofurano y dioxano; dioles, preferiblemente dioles que poseen 2 a 12 átomos de carbono, por ejemplo 1,5-pentanodiol, etilenglicol, propilenglicol, butilenglicol, pentilenglicol, hexilenglicol, tioglicol y oligo- y poli-alquilen glicoles, preferiblemente dietilenglicol, trietilenglicol, polietilenglicol y polipropilenglicol; trioles, preferiblemente glicerol y 1,2,6-hexanotriol; mono- alquilo C<sub>1-4</sub>- éteres de dioles, preferiblemente mono- alquilo C<sub>1-4</sub>- éteres de dioles que poseen 2 a 12 átomos de carbono, se prefiere particularmente el 2-metoxietanol, 2-(2-metoxietoxi)etanol, 2-(2-etoxietoxi)etanol, 2-[2-(2-metoxietoxi)etoxi]etanol, 2-[2-(2-etoxietoxi)etoxi]etanol y etilenglicol monoalil éter; amidas cíclicas, preferiblemente 2-pirrolidona, N-metil-2-pirrolidona, N-etil-2-pirrolidona, caprolactam y 1,3-dimetilimidazolidona; ésteres cíclicos, preferiblemente la caprolactona; sulfóxidos, preferiblemente el dimetil sulfóxido y sulfolano.

55 En una composición preferida, el medio según b) incluye agua y al menos 2 o más, más preferiblemente 2 a 8, solventes orgánicos solubles en agua.

60 Se prefieren particularmente los solventes solubles en agua son amidas cíclicas, particularmente la 2-pirrolidona, N-metilpirrolidona y N-etilpirrolidona; dioles, preferiblemente el 1,5-pentanodiol, etilenglicol, tioglicol, dietilenglicol y trietilenglicol; y mono- alquilo C<sub>1-4</sub> y éteres di- alquilo C<sub>1-4</sub> de dioles, más preferiblemente éteres mono-alquilo C<sub>1-4</sub> de dioles que poseen 2 a 12 átomos de carbono, se prefiere particularmente el 2-[2-(2-metoxietoxi)etoxi] etanol.

65 Un medio preferido según b) incluye:

(i) 75 a 95 partes en peso de agua y

## ES 2 295 732 T3

(ii) 25 a 5 partes de uno o más de los siguientes solventes: dietilenglicol, 2-pirrolidona, tioglicol, N-metilpirrolidona, ciclohexanol, caprolactona, caprolactam y 1,5-pentanodiol, en donde las partes están en peso y todas las partes de (i) y (ii) se adicionan hasta 100.

5 Ejemplos de otra composición útil de las tintas, que incluye agua y uno o más solventes orgánicos se encuentran en las Especificaciones de la Patente US 4963189, US 4703113, US 4626284 y EP 425150A.

10 Cuando el medio según b) incluye un solvente orgánico anhidro (i.e. menos de 1% en peso de agua), este solvente tendrá un punto de ebullición de 30 a 200°C, más preferiblemente de 40-150°C, se prefiere particularmente de 50-125°C.

15 El solvente orgánico puede ser insoluble en agua, soluble en agua o mezclas de dichos solventes. Los solventes orgánicos solubles en agua preferidos son todos los solventes orgánicos solubles en agua descritos arriba y las mezclas de estos.

Los solventes insolubles en agua preferidos incluyen *inter alia* hidrocarburos alifáticos; ésteres, preferiblemente acetato de etilo; hidrocarburos clorinados, preferiblemente CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>; y éteres, preferiblemente dietil éter; y las mezclas de estos.

20 Cuando el medio líquido según b) incluye un solvente orgánico insoluble en agua, es preferible adicionar un solvente polar para incrementar la solubilidad de la tinta en el medio líquido.

Ejemplos de tales solventes polares son los alcoholes C<sub>1-4</sub>-, preferiblemente etanol o propanol; cetonas, preferiblemente metil etil cetona.

25 El solvente orgánico anhidro pueden consistir de un solo solvente o una mezcla de 2 o más diferentes solventes.

30 Cuando es una mezcla de diferentes solventes, se prefiere una mezcla que incluya 2 a 5 solventes anhidros diferentes. Esto hace posible proporcionar un medio según b) que permite buen control de las propiedades de secado y de la estabilidad de la composición de la tinta en almacenamiento.

35 Las composiciones de tinta que incluyen un solvente orgánico anhidro o mezclas de estos son de particular interés cuando, se requieren tiempos de secado rápido y especialmente cuando ellas se utilizan para impresiones en sustratos hidrófobos y no-absorbentes, tales como plástico, metal y vidrio.

40 Se prefieren medios de fusión-baja que tienen un punto de fusión de 60 a 140°C. Los sólidos de fusión-baja útiles incluyen ácidos grasos de cadena-larga o alcoholes, preferiblemente aquellos que tienen una cadena de carbono C<sub>18-24</sub>, y sulfonamidas. Los vehículos convencionales de tinta de fusión-baja por lo general incluyen varias proporciones de ceras, resinas, plastificantes, agentes de pegajosidad, modificadores de viscosidad y antioxidantes.

45 La composición de la tinta y las pastas de impresión de la invención pueden además incluir como componentes adicionales auxiliares, aquello que se utilizan normalmente en tintas inkjet o pastas de impresión, por ejemplo soluciones reguladoras, mejoradores de viscosidad, mejoradores de tensión superficial, acelerantes de fijación, biozidas, inhibidores de corrosión, agentes de nivelación, agentes de secado, humectantes, aditivos de penetración de aditivos, estabilizadores de luz, absorbentes UV, aclaradores ópticos, reductores de coagulación, agentes tensoactivos iónicos o no-iónicos y sales conductoras.

50 Estos auxiliares preferiblemente se adicionan en una cantidad de 0-5% en peso a las tintas. En las pastas de impresión hasta 70% en peso, especialmente hasta 60% en peso, preferiblemente hasta 55% en peso, con base en el peso total de la pasta de impresión.

Para prevenir las precipitaciones en la composición de las tintas de la invención, las tintas utilizadas se tienen que purificar del todo. Esto se puede hacer con métodos de purificación comúnmente conocidos.

55 Cuando las composiciones de la invención se utilizan para la impresión de materiales de fibras textiles, se da preferencia al uso de las siguientes composiciones.

60 Cuando la impresión materiales de fibras textiles, aditivos útiles, además de los solventes que incluyen agua, son aglutinantes sintéticos, aglutinante naturales o aglutinantes naturales modificados que pueden incluir ésteres de celulosa no iónicos solubles en agua, alginatos o éter de goma de judía. Todos, los ésteres de celulosas no iónicas solubles en agua, los alginatos y el éter de goma de judía, se utilizan como aglutinantes para ajustar la tinta a una cierta viscosidad.

65 Los ésteres de celulosa no iónicos solubles en agua, útiles incluyen por ejemplo metil-, etil-, hidroxietil-, metilhidroxietil-, hidroxipropil- o hidroxipropilmetilcelulosa. Se da preferencia a la metilcelulosa o en particular hidroxietilcelulosa. Los ésteres de celulosa habitualmente se utilizan en la tinta en una cantidad de 0.01 a 2% en peso, especialmente 0.01 a 1% en peso, preferiblemente 0.01 a 0.5% en peso, con base en el peso total de la tinta.

## ES 2 295 732 T3

Los alginatos útiles incluyen en particular alginatos de metal alcalino, preferiblemente alginato de sodio. Estos habitualmente se utilizan en la tinta en una cantidad de 0.01 a 2% en peso, especialmente 0.01 a 1% en peso, preferiblemente 0.01 a 0.5% en peso, con base en el peso total de la tinta.

5 Las pastas de impresión incluyen hasta 70% en peso agentes de espesamiento, preferiblemente hasta 55% en peso agentes de espesamiento. En las pastas de impresión los agentes de espesamiento se utilizan en una cantidad de 3 a 70% en peso, especialmente 5 a 60% en peso, preferiblemente 7 a 55% en peso, con base en el peso total de la pasta de impresión.

10 En el proceso de impresión inkjet se da preferencia a la composición de tintas que tienen una viscosidad de 1 a 40 mPa.s, especialmente 5 a 40 mPa.s, preferiblemente 10 a 40 mPa.s. Se prefieren particularmente, las composiciones de tinta que tienen una viscosidad de 10 a 35 mPa.s.

15 Se da preferencia a la composición de tintas que tienen una tensión superficial de 15-73 mN/m, especialmente 20-65 mN/m, se prefiere particularmente 30-50 mN/m.

Se da preferencia a la composición de tintas que tienen una conductividad de 0.1-100 mS/cm, especialmente 0.5-70 mS/cm, se prefiere particularmente 1.0-60 mS/cm.

20 Las tintas además pueden incluir sustancias reguladoras, por ejemplo acetato, fosfato, bórax, borato o citrato. Algunos ejemplos son acetato de sodio, hidrógeno fosfato disódico, borato de sodio, tetraborato de sodio y citrato de sodio.

25 Los tintes o estampados obtenidos de este modo, tiene buena solidez completa; particularmente notable son la solides de termo-migración, termo-fijación-, y solidez en el plisado, así como la excelente solidez a la humedad.

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

### Ejemplo 1

30 (No de acuerdo con la invención)

#### Diazotización

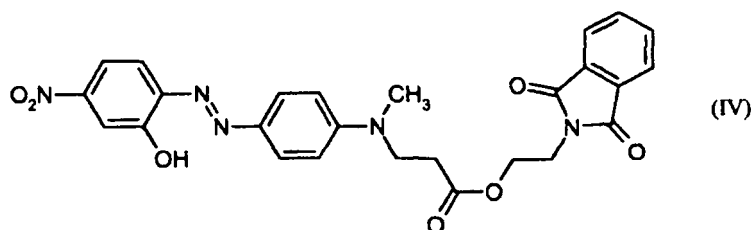
35 15.4 partes del 2-amino-5-nitrofenol se disuelven en 13.7 partes de solución fría de hidróxido de sodio 30%. Se adicionan 36.5 partes de HCl 30% y posteriormente durante un periodo de 1 hora 6.9 partes de nitrito de sodio como una solución acuosa (40%) se adicionan a una temperatura de 0 - 5°C. La solución se agita por 2 horas a 0 - 5°C y 0.1 partes del ácido aminosulfónico se adicionan para destruir el exceso de nitrito de sodio.

#### 40 Acoplamiento

Una solución caliente (95°C) de 55.6 partes del 3-(N-metil-N-fenil)amino-ácido propiónico-2'-(N-ftalimido)-etil-ester en 156 partes de ácido acético glacial se adiciona continuamente a la solución de la sal de diazonio. La suspensión se agita a 35°C y el pH se ajusta a 1.0 adicionando de 3.5 partes de acetato de sodio y 50 partes de ácido acético. La suspensión se agita por 20 h y el colorante precipitado se filtra completamente, se lava con agua y se seca en el vacío a 60°C.

El colorante aislado de fórmula (IV)

50



Tiene una  $\lambda$  max de 514 nm (en DMF) y tiñe el poliéster en sombras rojas con buena solidez.

## ES 2 295 732 T3

### Ejemplo 2

(No de acuerdo con la invención)

#### 5 Diazotización

La diazotización se hace análogamente como en el Ejemplo 1.

#### Acoplamiento

10

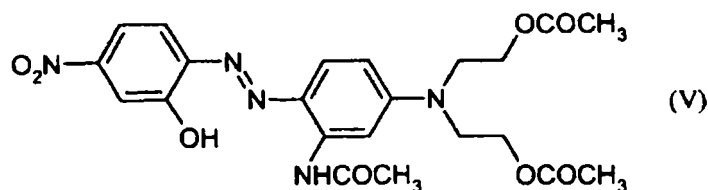
Una solución de 32.9 partes del 1-N,N-di-(2'-acetoxietil)-amino-3-acetilaminobenceno en 100 partes de ácido acético glacial se adiciona continuamente a la solución de la sal de diazonio, seguido por una adición de 300 partes agua. Más adelante la temperatura de la solución se incrementa a 30°C y el valor de pH se ajusta a 2 adicionando acetato de sodio. La solución se agita por 24 horas a 30°C.

15

El colorante precipitado se filtra completamente, se lava con agua y se seca con vacío a 60°C.

El colorante aislado de fórmula (V)

20



25

30

Tiene una  $\lambda$  max de 519 nm (en DMF) y tiñe el poliéster en sombras rojas con buena solidez.

### Ejemplo 3

(No de acuerdo con la invención)

#### 35 Diazotización

La diazotización se hace análogamente como en el Ejemplo 1.

#### Acoplamiento

40

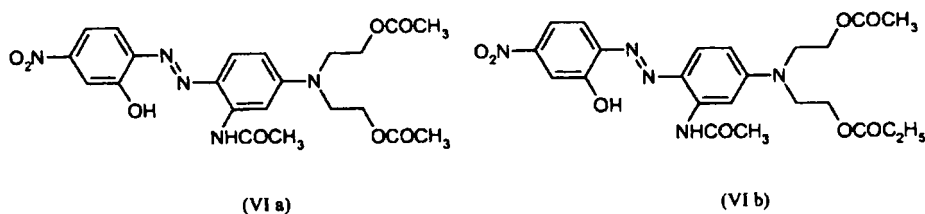
Una solución de 33.6 partes de una mezcla de 1-[N,N-di-(2'-acetoxietil)-amino]-3-acetilaminobenceno y 1-[(N-acetoxietil-N-propioniloetil)-amino]-3-acetilamino-benceno en 100 partes de ácido acético glacial se adiciona continuamente a la solución de la sal de diazonio, seguido por una adición de 300 partes agua. Más adelante la temperatura de la solución se incrementa a 30°C y el valor de pH se ajusta a 2 adicionando acetato de sodio. La solución se agita por 24 horas a 30°C.

45

El colorante precipitado se filtra completamente, se lava con agua y se seca con vacío a 60°C.

El colorante aislado es la mezcla de los compuestos de fórmula (VIa) y (VIb)

50



55

60

Con una  $\lambda$  max de 519 nm (en DMF), que tiñe el poliéster en sombras rojas con buena solidez.

La tabla 1 abajo, da otro colorante de fórmula (Ia), el cual se produce análogamente a los procedimientos dados en el ejemplo precedente.

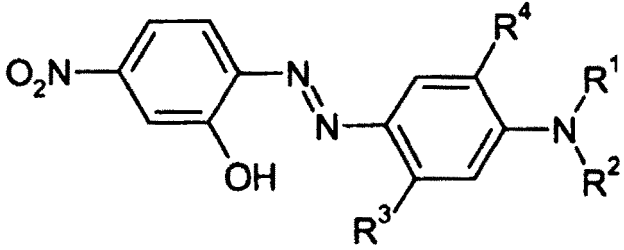
65

Todos los colorantes tiñen el material de fibra de poliéster en sombras rojas con muy buena solidez.

# ES 2 295 732 T3

TABLA 1

Ejemplo 4


(Ia)

Eje. No.	R <sup>4</sup>	R <sup>3</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>1</sup>	λ max DMF [nm]
4	H	H	-CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CN	509

## Ejemplo A de la Aplicación

17.5 partes del colorante de acuerdo con ejemplo 1 en la forma de la torta de prensa húmeda se muelen en húmedo, mediante un método conocido con 32.5 partes de un agente dispersante comercial con base en sulfonatos de lignina, y se pulveriza a un polvo. Se adicionan, 1.2 partes de esta preparación de la tinta a 2000 partes de agua desmineralizada de 70°C, que contiene 40 partes de sulfato de amonio; el valor de pH del baño de tinta se lleva a 5 con 85% de ácido fórmico. 100 partes de tejido de fibra de poliéster lavado se colocan en este baño de tinta, el contenedor se cierra, se calienta a 130°C en el curso de 20 minutos, y el teñido continúa por otros 60 minutos a esta temperatura. Después del enfriamiento, el tejido de fibra de poliéster se retira del baño de tinta, se enjuaga, enjabona y limpia por reducción con hidrosulfito de sodio de la forma habitual. Después de la termo-fijación (180°C, 30 sec), un tinte rojo brillante se obtiene con una muy buena solidez completa, especialmente solidez a la luz y la sublimación, en particular excelente solidez a la humedad. Los colorantes de los ejemplos 2 a 4 se pueden utilizar de manera análoga, y se obtienen los tintes con una muy buena solidez completa.

El poliéster teñido *yam* se puede realizar análogamente a los ejemplos 2 - 4.

## Ejemplo B de la Aplicación

2.5 partes del colorante obtenido en el Ejemplo 1 se disuelven con agitación a 25°C en una mezcla de 20 partes de dietilenglicol y 77.5 partes de agua para obtener una tinta de impresión apropiada para impresión inkjet.

Los colorantes de los Ejemplos 2 a 4 también se pueden utilizar de una manera análoga a aquella descrita en el Ejemplo B de la Aplicación.

## Ejemplo C de la Aplicación

Una pasta de impresión de acuerdo con la invención consiste de

500 g de un aglutinante (éter de goma de judía por ejemplo Indalca™),

10 g de un acelerante de fijación (por ejemplo Printogen HDN™),

10 g de un agente de nivelación (por ejemplo Sandogen CN™),

10 g de una solución reguladora y sistema dispersante para teñir (por ejemplo SandacidPB™;1:2) y

10 g de una tinta del ejemplo 1

y adicionar agua hasta 1000 g.

(Indalca se adquirió de Cesalpinia S.p.A, Italy; Sandogen, Printogen y Sandacid son marcas comerciales de Clariant AG, Muttenz/Switzerland).

Esta pasta de impresión se utiliza para la impresión de sustratos de papel, materiales de fibras textiles y películas de plástico y transparencias de plástico.

## ES 2 295 732 T3

Los colorantes de los Ejemplos 2 a 4 también se pueden utilizar de una manera análoga a aquella descrita en el Ejemplo C de la Aplicación.

### Ejemplo D de la Aplicación

5 Un tejido Interlock de poliéster fue impreso con una máquina de impresión convencional utilizando la pasta de impresión del Ejemplo C de la Aplicación. El tejido de impresión resultante se seca por 3 minutos a 110°C y luego se trata con vapor caliente por 7 minutos a 175°C. El tejido se enjuagó con un golpe de agua fría por 5 minutos, y luego se enjuaga por 5 minutos con agua desmineralizada. La fibra así tratada se purificó de manera reductiva en un  
10 baño que comprende 4 g/l de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 2 g/l de sal de hidrosulfito de sodio (85%) y 1 g/l de Lyogen DFT™ (Marca comercial de Clariant AG, Muttenz, Switzerland). Además se enjuaga por 15 minutos con un golpe de agua seguido por una etapa final de secado. Esto deja una fibra de poliéster con una impresión rojo brillante con todo tipo de solidez, especialmente solidez a la luz y sublimación, en particular excelente solidez a la humedad.

15 Los colorantes de los Ejemplos 2 a 4 también se pueden utilizar de una manera análoga a aquella descrita en el Ejemplo D de la Aplicación.

### Ejemplo E de la Aplicación

20 La composición de la impresión inkjet preferiblemente se prepara por calentamiento del medio a 40°C y luego adicionar una tinta del ejemplo 1. La mezcla se agita hasta que las tintas se disuelven. La composición luego se enfría a temperatura ambiente y los otros ingredientes se adicionan.

Las fracciones de los componentes individuales de la composición de la tintas

25 6 partes de la tinta del ejemplo 1,  
20 partes del glicerol y  
30 74 partes de agua.

Esta composición de la tinta se utiliza para la impresión de sustratos de papel, materiales de fibras textiles y películas de plástico y transparencias de plástico.

35 Los colorantes de los Ejemplos 2 a 4 también se pueden utilizar de una manera análoga a aquella descrita en el Ejemplo E de la Aplicación.

### Ejemplo F de la Aplicación

40 Un tejido Interlock de poliéster fue impreso inkjet utilizando la tinta de impresión del Ejemplo E de la Aplicación. El tejido impreso se trató analógicamente con el tratamiento después de la impresión del Ejemplo D de la Aplicación. Esto deja una fibra de poliéster con una impresión rojo brillante con todo tipo de solidez, especialmente solidez a la luz y sublimación, en particular excelente solidez a la humedad.

45 Los colorantes de los Ejemplos 2 a 4 también se pueden utilizar de una manera análoga a aquella descrita en el Ejemplo F de la Aplicación.

### Referencias citadas en la descripción

50 *Esta lista de referencias citadas por el aspirante es solamente para conveniencia del lector. No forma parte del documento de patente Europea. Aún cuando se ha tenido gran cuidado en recopilar las referencias, los errores u omisiones no se pueden excluir y la EPO desconoce toda responsabilidad a este respecto.*

### Documentos Patentes citados en la descripción

- 55
- FR 1445371 [0016]
  - US 4895981 A [0028]

60

  - US 5910624 A [0028]
  - US 4963189 A [0040]
  - US 4703113 A [0040]

65

  - US 4626284 A [0040]
  - EP 425150 A [0040].

## ES 2 295 732 T3

### Literatura no-patente citada en la descripción

- Advanced Organic Chemistry. Fieser&Fieser, 736-740 [0009]

5     • K. **PETER**; C. **VOLLHARDT**. *Organische Chemie*. 1988, vol. 1, 1154-1157 [0009]

- M. **PETER**; H.K. **ROUETTE**. Grundlagen der Textilveredelung; *Handbuch der Technologie*, Verfahren und Maschinen. 1989 [0020].

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

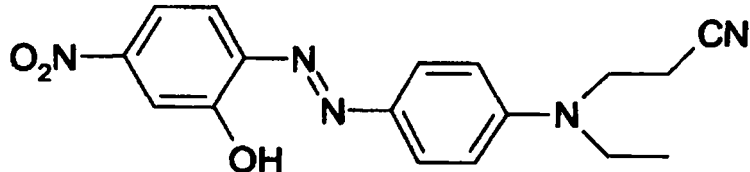
60

65

REIVINDICACIONES

1. Un colorante de fórmula

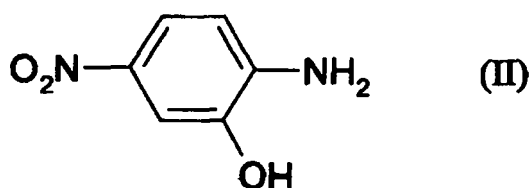
5



10

15 2. Proceso para la producción de un colorante de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** en que una amina diazotizada de fórmula (II)

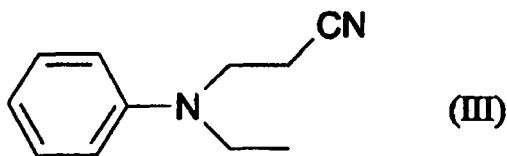
20



25

se acopla con una amina de fórmula (III)

30



35

40 3. Uso de un colorante disperso de acuerdo con la reivindicación 1 para la tinción o impresión de fibras o hilos o materiales producidos a partir de estos, que comprenden, materiales orgánicos hidrófobos, totalmente sintéticos o semi-sintéticos.

45 4. Uso de un colorante disperso de acuerdo con la reivindicación 1, para el proceso de impresión inkjet o proceso inkjet de fusión en caliente.

5. Composición que comprende un colorante de acuerdo con la reivindicación 1.

50 6. Composición de acuerdo con la reivindicación 5 en donde la composición es una pasta de impresión o una tinta de impresión o una tinta de impresión inkjet o una tinta de impresión inkjet de fusión en caliente.

55 7. Fibras o hilos o materiales producidos de estos, que comprenden materiales orgánicos hidrófobos, totalmente sintéticos o semi-sintéticos, que han sido teñidos o impresos con un colorante como se reivindica en la reivindicación 1.

60

65

65