



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 359 229**

51 Int. Cl.:
C09B 29/42 (2006.01)
C09B 31/153 (2006.01)
C09B 67/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02710806 .7**
96 Fecha de presentación : **18.01.2002**
97 Número de publicación de la solicitud: **1354005**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **22.10.2003**

54 Título: **Colorantes azoicos, procedimiento para su preparación y su uso en la coloración o impresión de materiales fibrosos hidrófobos.**

30 Prioridad: **26.01.2001 EP 01810079**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
19.05.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
19.05.2011

73 Titular/es: **HUNTSMAN ADVANCED MATERIALS
(Switzerland) GmbH
Klybeckstrasse 200
4057 Basel, CH**

72 Inventor/es: **Pichler, Yvonne y
Lauk, Urs**

74 Agente: **Zuazo Araluze, Alexander**

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

La presente invención se refiere a colorantes azoicos, a su preparación y a su uso en la coloración o impresión de materiales fibrosos hidrófobos sintéticos o semisintéticos.

5 Se conocen colorantes azoicos y su uso en la coloración de materiales fibrosos hidrófobos sintéticos o semisintéticos.

El documento FR-A 2329724 describe preparaciones de colorante para la coloración e impresión de materiales textiles de celulosa y que contienen celulosa que contienen colorantes
10 azoicos dispersos a base de 2,6-diamino-3-ciano-4-metilpiridinas aminosustituídas como componente de acoplamiento.

Se dan a conocer colorantes diazoicos derivados de componentes de acoplamiento similares en el documento DE-A 2718619.

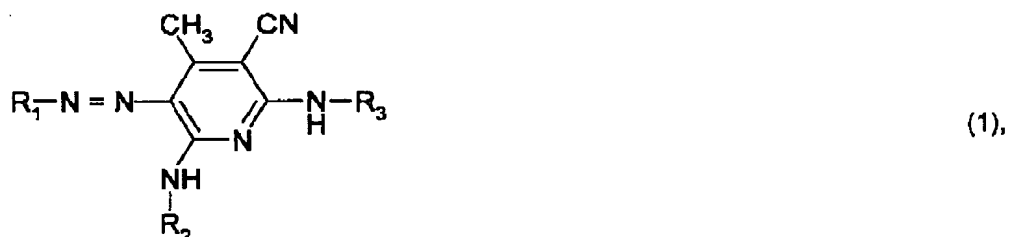
15 Se conocen colorantes azoicos dispersos a base de 2,6-diamino-3-ciano-4-metilpiridinas aminosustituídas como componente de acoplamiento y anilinas sustituidas con éster carboxílico, amida carboxílica, sulfonamida, grupos alquil- o arilsufonilo como componentes diazoicos, a partir del documento
20 EP-A 023315.

El documento GB-A 2002409 describe colorantes azoicos dispersos derivados de componentes de acoplamiento similares y anilinas sustituidas con oxadiazol como componentes diazoicos que proporcionan coloraciones que tienen buenas propiedades de
25 solidez en fibras sintéticas.

Se ha mostrado, sin embargo, que tales colorantes no siempre satisfacen totalmente las más altas exigencias, especialmente con respecto a la solidez a la luz a alta temperatura y/o intensidad de color. Por tanto hay una necesidad de colorantes
30 nuevos que produzcan coloraciones o impresiones estables en medio alcalino, intensas de manera tintórea que tengan solidez a la luz a alta temperatura y que muestren buenas propiedades globales.

Se ha descubierto ahora, sorprendentemente, que los colorantes azoicos según la invención cumplen los criterios facilitados anteriormente en un grado considerable.

Por consiguiente, la presente invención se refiere a un
5 colorante azoico de fórmula



en la que

R₁ es 2-trifluorometil-4-nitrofenilo, 2-ciano-4-nitrofenilo,
2-ciano-4-nitro-6-bromofenilo, 2-trifluorometil-4-clorofenilo,

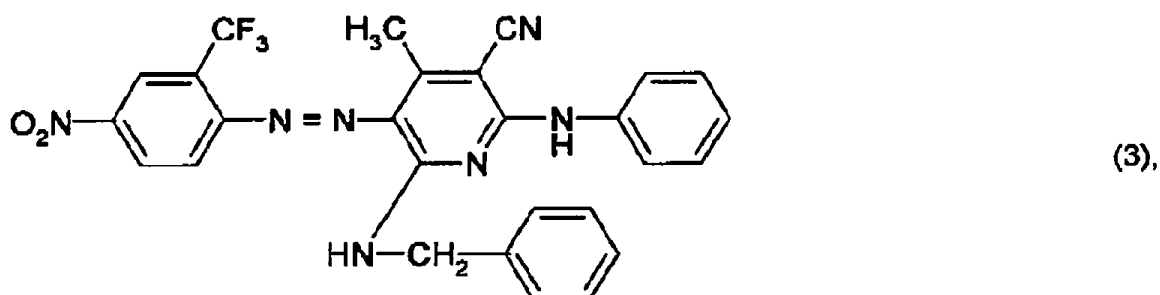
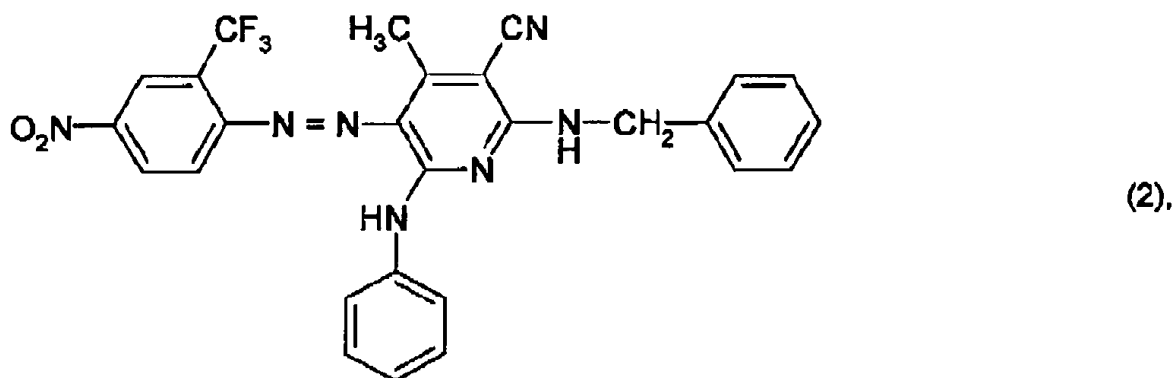
10 3,5-diciano-4-metil-2-tienilo o 2-ciano-4-nitro-1-naftilo,

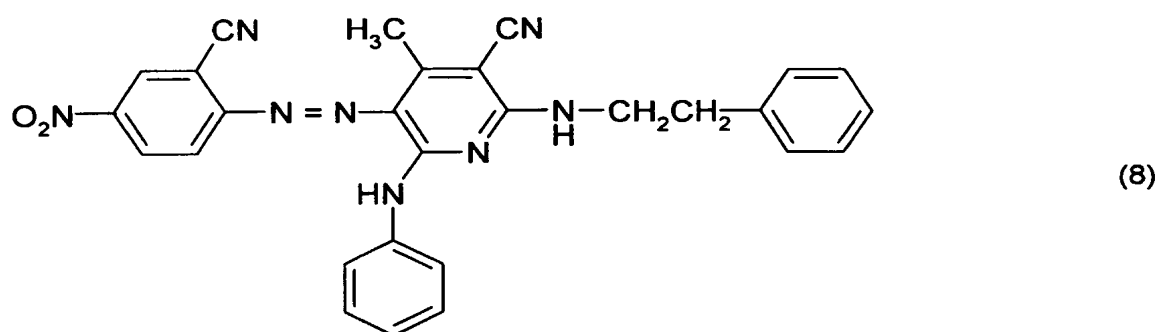
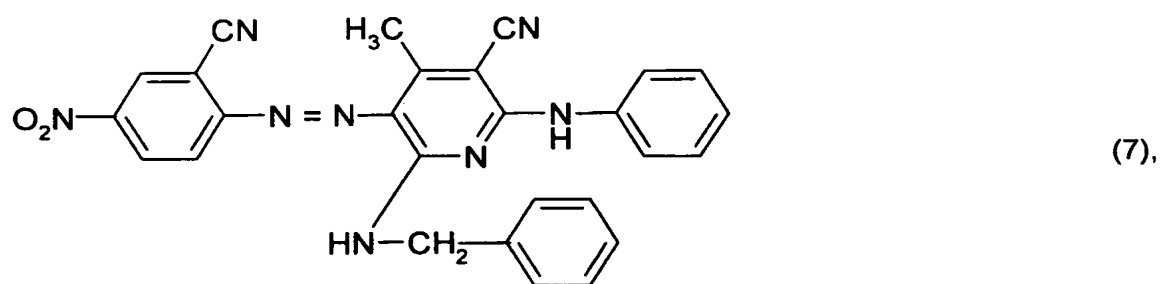
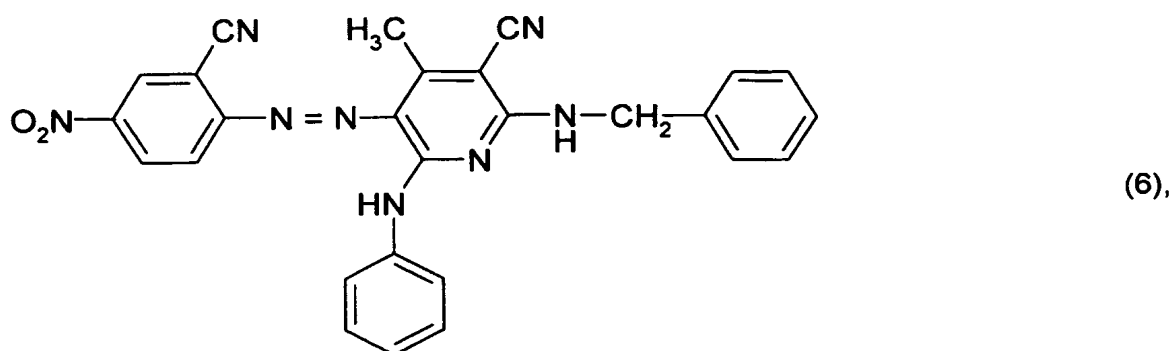
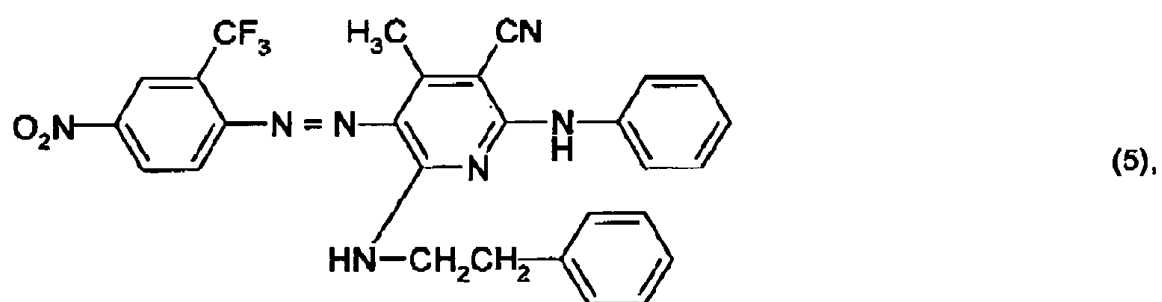
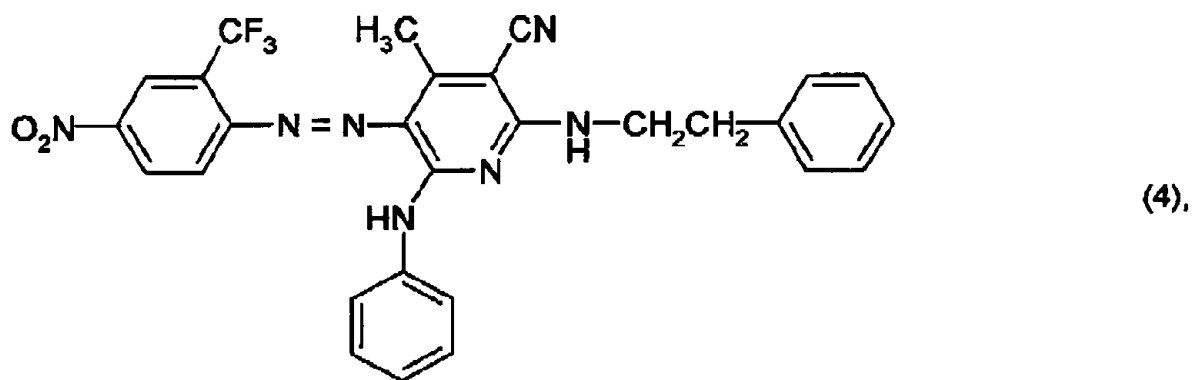
R₂ es fenilo, bencilo o 2-feniletilo y

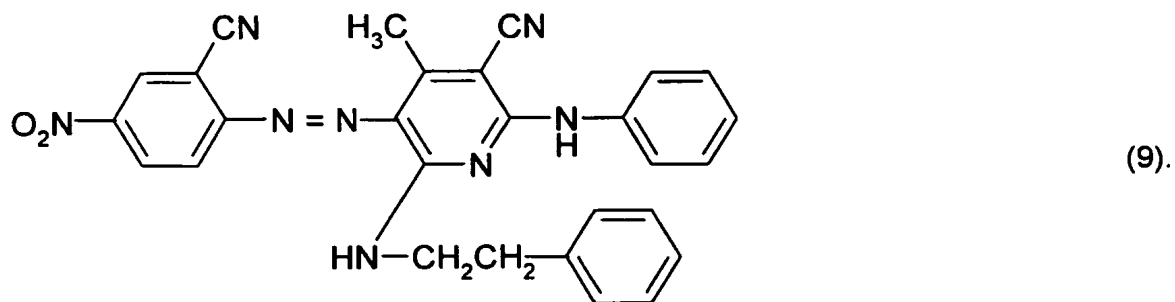
R₃ es fenilo, bencilo o 2-feniletilo,

con la condición de que o bien R₂ es fenilo y R₃ es bencilo o 2-feniletilo o bien R₃ es fenilo y R₂ es bencilo o 2-feniletilo.

15 Los colorantes azoicos de las siguientes fórmulas son importantes:







La presente invención se refiere también a mezclas de colorantes que comprenden al menos dos colorantes azoicos diferentes estructuralmente de fórmula (1).

5 Se da preferencia a mezclas de colorantes que comprenden dos colorantes azoicos diferentes estructuralmente de fórmula (1).

Se da especial preferencia a mezclas de colorantes que comprenden los colorantes azoicos de fórmulas (2) y (3), (4) y (5), (6) y (7), y (8) y (9).

10 La cantidad de colorantes individuales en las mezclas de colorantes según la invención puede variar dentro de límites amplios de desde, por ejemplo, 95:5 hasta 5:95 partes en peso, especialmente desde 70:30 hasta 30:70 partes en peso, más especialmente desde 55:45 hasta 45:55 partes en peso, de los
15 colorantes individuales en una mezcla de colorantes que comprende dos colorantes azoicos según la invención.

Se da preferencia muy especial a las mezclas de colorantes que comprenden los siguientes colorantes azoicos diferentes estructuralmente de fórmula (1):

- 20 A. Colorantes azoicos de fórmulas (2), (3), (4) y (5), y
B. Colorantes azoicos de fórmulas (6), (7), (8) y (9).

Las cantidades de los colorantes azoicos en la mezcla de colorantes A puede variar asimismo dentro de límites amplios, dándose preferencia a las mezclas de colorantes en las que la
25 suma de los colorantes azoicos de fórmulas (2) y (3) y la suma de los colorantes azoicos de fórmulas (4) y (5) varían en una razón en peso de entre 95:5 y 5:95, especialmente entre 70:30 y 30:70, más especialmente entre 55:45 y 45:55, aplicándose también las definiciones y preferencias facilitadas

anteriormente para la mezcla de colorantes que comprende dos colorantes azoicos según la invención, a la razón de los colorantes azoicos de fórmulas (2) y (3), y (4) y (5).

Las cantidades de los colorantes azoicos en la mezcla de colorantes B puede variar asimismo dentro de límites amplios, dándose preferencia a las mezclas de colorantes en las que la suma de los colorantes azoicos de fórmulas (6) y (7) y la suma de los colorantes azoicos de fórmulas (8) y (9) varían en una razón en peso de entre 95:5 y 5:95, especialmente entre 70:30 y 30:70, más especialmente entre 55:45 y 45:55, aplicándose también las definiciones y preferencias facilitadas anteriormente para la mezcla de colorantes que comprende dos colorantes azoicos según la invención, a la razón de los colorantes azoicos de fórmulas (6) y (7), y (8) y (9).

La presente invención se refiere también al procedimiento para la preparación de los colorantes azoicos de fórmula (1) según la invención.

Se preparan los colorantes, por ejemplo, tal como sigue: un compuesto de fórmula

$R_1 - NH_2$ (50)

se diazota según un procedimiento habitual y entonces se acopla a un componente de acoplamiento de fórmula



en la que R_1 , R_2 y R_3 son tal como se definieron anteriormente para la fórmula (1).

Se lleva a cabo la diazotación del compuesto de fórmula (50) de manera conocida en sí misma, por ejemplo con nitrito de sodio en un medio acuoso ácido, por ejemplo que contiene ácido clorhídrico o que contiene ácido sulfúrico. Sin embargo, también puede llevarse a cabo la diazotación usando otros agentes de

diazotación, por ejemplo usando ácido nitrosilsulfúrico. En la diazotación, un ácido adicional puede estar presente en el medio de reacción, por ejemplo ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido acético, ácido propiónico o ácido clorhídrico o una mezcla de
 5 tales ácidos, por ejemplo una mezcla de ácido propiónico y ácido acético. Se lleva a cabo ventajosamente la diazotación a temperaturas de desde -10 hasta 30°C, por ejemplo de desde -10°C hasta temperatura ambiente.

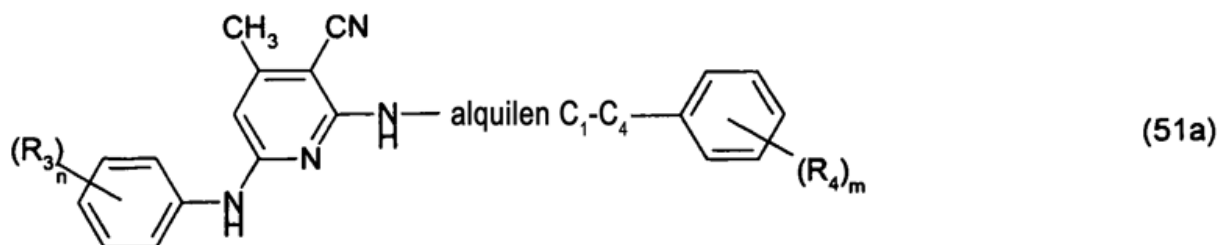
El acoplamiento del compuesto diazotado de fórmula (50) al
 10 componente de acoplamiento de fórmula (51) se efectúa asimismo de manera conocida, por ejemplo en un medio acuoso u orgánico-acuoso, ácido, ventajosamente a temperaturas de desde -10 hasta 30°C, especialmente inferiores a 10°C. Ejemplos de ácidos usados son ácido clorhídrico, ácido acético, ácido propiónico, ácido
 15 sulfúrico y ácido fosfórico.

Se conocen los compuestos de fórmula (50) o pueden prepararse de manera conocida en sí misma. También se conocen los componentes de acoplamiento de fórmula (51) o pueden prepararse de manera conocida en sí misma.

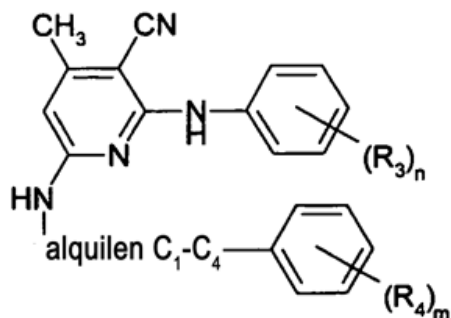
20 Puede prepararse una mezcla de colorantes que comprende dos colorantes azoicos diferentes estructuralmente de fórmula (1), por ejemplo, tal como sigue: un compuesto de fórmula



se diazota según un procedimiento habitual y entonces se acopla
 25 a una mezcla de componentes de acoplamiento que comprende los compuestos de fórmula



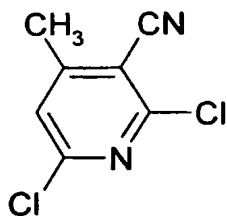
y



(51b),

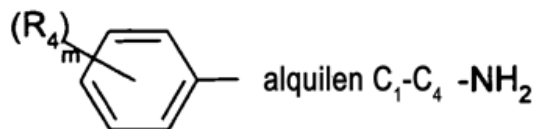
en las que R_1 , R_2 y R_3 son tal como se definieron anteriormente para la fórmula (1) y R_4 tiene los mismos significados que R_3 independientemente de R_3 y n y m son los números 1, 2 ó 3.

5 Puede prepararse la mezcla de componentes de acoplamiento anterior, por ejemplo, tal como sigue: un compuesto de fórmula



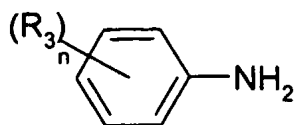
(52)

se hace reaccionar en primer lugar con un compuesto de fórmula



(53)

10 y luego con un compuesto de fórmula



(54),

en las que R_3 , R_4 , n y m son tal como se definieron anteriormente.

15 A partir de la mezcla de componentes de acoplamiento resultante, puede(n) obtenerse el/los componente(s) de acoplamiento individual(es) de fórmula (51) o fórmula (51a) y (51b) mediante posterior separación cromatográfica.

20 Pueden prepararse las mezclas de colorantes que comprenden cuatro colorantes azoicos diferentes estructuralmente de fórmula (1), por ejemplo, mezclando simplemente dos de las mezclas de colorantes de dos componentes descritas anteriormente, por

ejemplo una mezcla que comprende los colorantes azoicos de fórmulas (2) y (3) y una mezcla que comprende los colorantes azoicos de fórmulas (4) y (5).

Los colorantes azoicos y las mezclas de colorantes según la invención pueden usarse en la coloración e impresión de materiales fibrosos hidrófobos semisintéticos y, especialmente sintéticos, más especialmente materiales textiles. Los materiales textiles compuestos por mezclas que contienen tales materiales textiles hidrófobos sintéticos y/o semisintéticos pueden asimismo colorearse o imprimirse usando los colorantes azoicos o las mezclas de colorantes según la invención.

Los materiales textiles semisintéticos que consideraciones tienen en cuenta son especialmente acetato secundario de celulosa y triacetato de celulosa. Los materiales textiles hidrófobos sintéticos consisten especialmente en poliésteres aromáticos lineales, por ejemplo los de ácido tereftálico y glicoles, especialmente etilenglicol, o productos de condensación del ácido tereftálico y 1,4-bis(hidroximetil)ciclohexano; de policarbonatos, por ejemplo los de α,α -dimetil-4,4-dihidroxidifenilmetano y fosgeno, y de fibras a base de poli(cloruro de vinilo) y de poliamida.

La aplicación de los colorantes azoicos y las mezclas de colorantes según la invención a los materiales textiles se efectúa según procedimientos de coloración conocidos. Por ejemplo, se colorean materiales de fibra de poliéster en el procedimiento de agotamiento de una dispersión acuosa en presencia de dispersantes no iónicos o aniónicos habituales y opcionalmente agentes de hinchamiento habituales (portadores) a temperaturas de desde 80 hasta 140°C. El acetato secundario de celulosa se colorea preferiblemente a aproximadamente desde 65 hasta 85°C y el triacetato de celulosa a temperaturas de hasta 115°C.

Los colorantes azoicos y las mezclas de colorantes según la invención no darán color a lana y algodón presentes al mismo

tiempo en el baño de colorantes y sólo darán color ligeramente a tales materiales (muy buena reserva), de modo que también pueden usarse satisfactoriamente en la coloración de materiales textiles en combinación de fibras de poliéster/lana y
5 poliéster/celulósicas.

Los colorantes azoicos y las mezclas de colorantes según la invención son adecuados para colorear según el procedimiento termosol, en el procedimiento continuo y de agotamiento y para procedimientos de impresión. Se prefiere el procedimiento de
10 agotamiento. La razón de líquido depende de la naturaleza del aparato, el sustrato y la forma de composición. Sin embargo, puede seleccionarse dentro de un intervalo amplio, por ejemplo de desde 1:4 hasta 1:100, pero es preferiblemente de desde 1:6 hasta 1:25.

15 Dicho material textil puede estar en una variedad de formas de procesamiento, por ejemplo en la forma de fibras, hilos o materiales textiles no tejidos, en la forma de materiales textiles tejidos o materiales textiles de punto.

Es ventajoso convertir los colorantes azoicos y las mezclas
20 de colorantes según la invención en una preparación de colorantes antes de su uso. Para este fin, se trituran los colorantes azoicos de modo que su tamaño de partícula sea en promedio de desde 0,1 hasta 10 micras. La trituration puede llevarse a cabo en presencia de dispersantes. Por ejemplo, se
25 tritura el colorante azoico secado con un dispersante o se amasa en forma de pasta con un dispersante y se seca entonces a vacío o mediante atomización. Pueden usarse las preparaciones así obtenidas, después de la adición de agua, para preparar pastas de impresión o baños de colorantes.

30 Para impresión, se usarán los agentes espesantes habituales, por ejemplo productos naturales no modificados o modificados, por ejemplo alginatos, dextrina comercial, goma arábiga, goma de cristal, harina de semilla de algarroba, goma tragacanto, carboximetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, almidón o productos

sintéticos, por ejemplo poliacrilamidas, poli(ácido acrílico) o copolímeros del mismo, o poli(alcoholes vinílicos).

Los colorantes azoicos y las mezclas de colorantes según la invención confieren a los materiales mencionados, especialmente a material de poliéster, tonos de colores uniformes que tienen muy buenas propiedades de solidez en uso, tales como, especialmente, buena solidez a la luz, más especialmente muy buena solidez a la luz a alta temperatura, solidez a la termofijación, al plisado, al cloro y a la humectación, tal como solidez al agua, a la transpiración y al lavado; las coloraciones terminadas se distinguen también por una buena solidez al frote.

Los colorantes azoicos y las mezclas de colorantes según la invención pueden usarse también satisfactoriamente en la preparación de tonos mixtos juntos con otros colorantes.

Los colorantes azoicos y las mezclas de colorantes según la invención pueden usarse especialmente como un componente adecuado en una técnica de impresión o coloración tricromática.

En el procedimiento para la coloración tricromática de materiales fibrosos hidrófobos sintéticos o semisintéticos se usa al menos un colorante azoico de coloración roja de fórmula



en la que

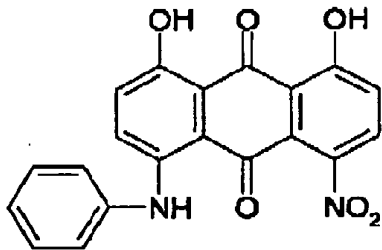
R₁ es 2-trifluorometil-4-nitrofenilo, 2-ciano-4-nitrofenilo, 2-ciano-4-nitro-6-bromofenilo, 2-trifluorometil-4-clorofenilo, 3,5-diciano-4-metil-2-tienilo o 2-ciano-4-nitro-1-naftilo,

R₂ es fenilo, bencilo o 2-feniletilo y

R₃ es fenilo, bencilo o 2-feniletilo,

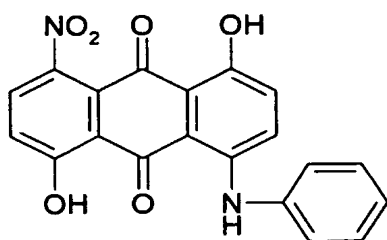
con la condición de que o bien R₂ es fenilo y R₃ es bencilo o 2-feniletilo o bien R₃ es fenilo y R₂ es bencilo o 2-feniletilo,

opcionalmente en combinación con más colorantes rojos, por ejemplo rojo disperso C.I. 086, rojo disperso C.I. 279, Dianix Rot HF-LS (Dystar) o Palanil Rot FFB (BASF), al menos un colorante de coloración azul de fórmula

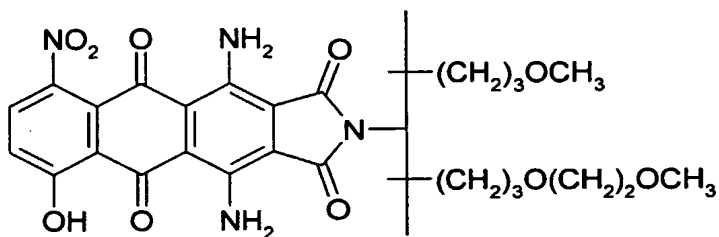


(10),

5

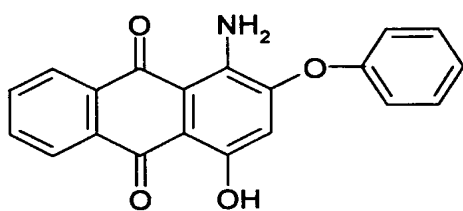


(11),



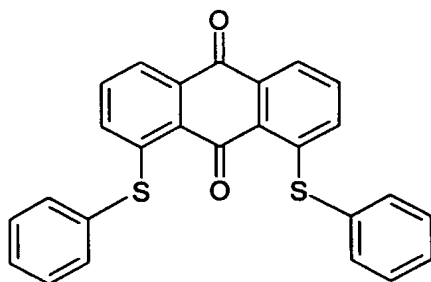
(12)

y/o

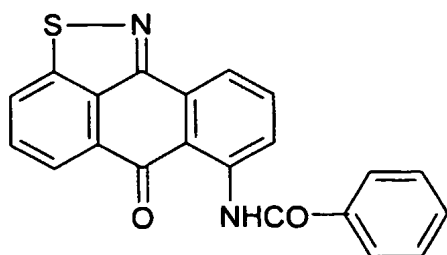


(13),

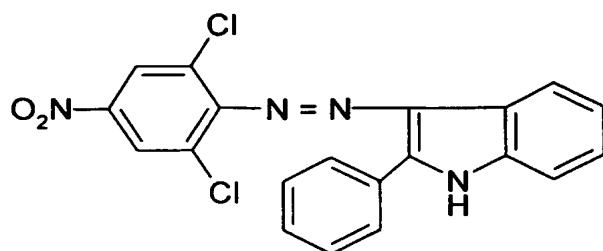
10 y al menos un colorante de coloración amarilla de fórmula



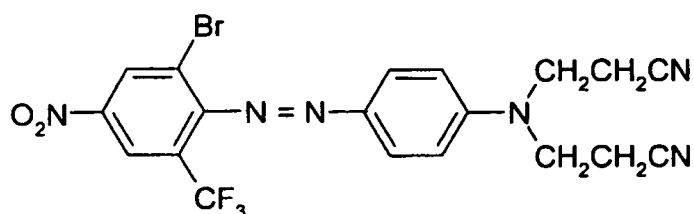
(14),



(15),

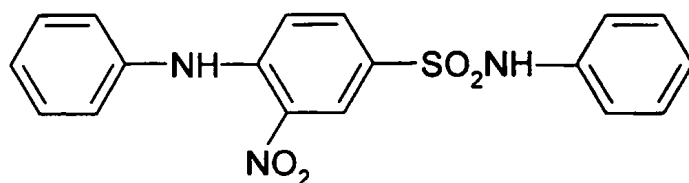


(16),



(17)

y/o



(18).

5

Se conocen los colorantes de fórmulas (10) a (18) o pueden prepararse de manera análoga a compuestos conocidos según los procedimientos conocidos en sí mismos.

Las definiciones y preferencias facilitadas anteriormente se aplican también al colorante azoico de coloración roja de fórmula (1).

La coloración tricromática es el mezclado de colores aditivos de colorantes de coloración naranja o amarilla, coloración roja o coloración azul seleccionados adecuadamente con los que puede lograrse cualquier tono deseado del espectro de color visible mediante una elección apropiada de las proporciones relativas de los componentes del colorante.

En una realización preferida del procedimiento tricromático según la invención, se usa una mezcla de colorantes que comprende los colorantes azoicos de coloración roja de fórmulas (2), (3), (4) y (5) junto con los colorantes de coloración azul de fórmulas (10) y (11) y el colorante de coloración amarilla de fórmula (12).

En una realización preferida adicional del procedimiento tricromático según la invención, se usa una mezcla de colorantes que comprende los colorantes azoicos de coloración roja de fórmulas (6), (7), (8) y (9) junto con los colorantes de coloración azul de fórmulas (10) y (11) y el colorante de coloración amarilla de fórmula (12).

La presente invención se refiere también a una mezcla tricromática que comprende al menos un colorante azoico de coloración roja de fórmula



en la que

R₁ es 2-trifluorometil-4-nitrofenilo, 2-ciano-4-nitrofenilo, 2-ciano-4-nitro-6-bromofenilo, 2-trifluorometil-4-clorofenilo, 3,5-diciano-4-metil-2-tienilo o 2-ciano-4-nitro-1-naftilo, R₂ es fenilo, bencilo o 2-feniletilo y

R₃ es fenilo, bencilo o 2-feniletilo,

con la condición de que o bien R₂ es fenilo y R₃ es bencilo o 2-feniletilo o bien R₃ es fenilo y R₂ es bencilo o 2-feniletilo,

al menos un colorante de coloración azul de fórmulas (10) a (13) y al menos un colorante de coloración amarilla de fórmulas (14) a (18).

Las definiciones y preferencias facilitadas anteriormente se aplican también al colorante azoico de coloración roja de fórmula (1).

Los colorantes azoicos y las mezclas de colorantes según la invención son también muy adecuados para colorear un material textil hidrófobo en CO₂ supercrítico.

La presente invención se refiere también al uso mencionado
5 anteriormente de los colorantes azoicos y las mezclas de colorantes según la invención así como a un procedimiento para la coloración o impresión de un material fibroso hidrófobo sintético o semisintético, especialmente un material textil, comprendiendo el procedimiento aplicar los colorantes azoicos o
10 las mezclas de colorantes según la invención a dicho material o incorporarlos en ese material. Dicho material fibroso hidrófobo es preferiblemente material textil de poliéster. Pueden encontrarse anteriormente otros sustratos que pueden tratarse mediante el procedimiento según la invención y también
15 condiciones de procedimiento preferidas, en la descripción detallada del uso de los colorantes azoicos y las mezclas de colorantes según la invención. La invención se refiere también a un material fibroso hidrófobo, especialmente un material textil de poliéster, coloreado o impreso mediante dicho procedimiento.

20 Los colorantes azoicos y las mezclas de colorantes según la invención también son adecuados para procedimientos de reproducción modernos, por ejemplo impresión por termotransferencia.

Los siguientes ejemplos sirven para ilustrar la invención.
25 En los ejemplos, a menos que se indique lo contrario, las partes son partes en peso y los porcentajes son porcentajes en peso. Las temperaturas se facilitan en grados centígrados. La relación entre partes en peso y partes en volumen es la misma que entre gramos y centímetros cúbicos.

30

Ejemplo 1:

A. En un aparato de reacción de laboratorio, con agitación y con enfriamiento a una temperatura de desde 20 hasta 30°C, se introducen 27,80 g de 2-amino-5-nitrobenzonitrilo en 40,00 g de
35 ácido sulfúrico al 97% y se lleva a cabo la agitación durante 30

minutos. Se añaden entonces 10,00 g adicionales de ácido sulfúrico al 97% a la suspensión resultante, con agitación, y se agita la masa de reacción durante 30 minutos adicionales y se enfría hasta aproximadamente desde 5 hasta 15°C. Se añaden
5 entonces gota a gota 47,70 g de ácido nitrosilsulfúrico al 40% y se agita entonces la disolución resultante durante 2 horas a desde 10 hasta 20°C.

B. En un aparato de reacción de laboratorio, se suspenden 76,00 g de 2,6-dicloro-3-ciano-4-metilpiridina en polvo en
10 250,00 ml de trietilamina y la suspensión se calienta hasta desde 50 hasta 55°C. A esa temperatura, se añaden gota a gota 49,00 g de fenetilamina y se agita la mezcla a 60°C durante 12 horas. Se aumenta entonces la temperatura hasta aproximadamente desde 80 hasta 90°C, y se elimina por destilación la trietilamina
15 durante aproximadamente 10 horas. Se añaden entonces gota a gota 100,00 ml de anilina a la disolución resultante y se agita la disolución a 150°C durante 12 horas. Se añaden entonces 450,00 ml de HCl 4 N y se vierte la masa de reacción en 150,00 g de hielo y se agita durante aproximadamente 3,5 horas, se filtra con
20 succión, se lava con 6,00 litros de agua y se seca.

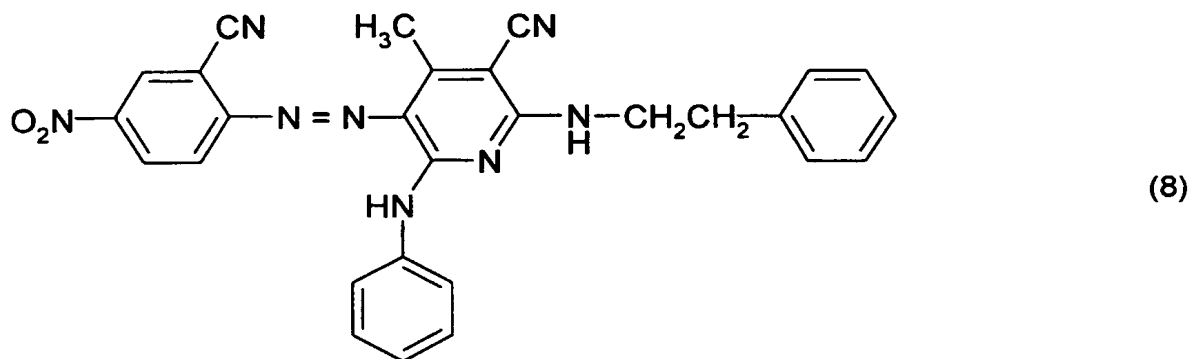
C. En un aparato de reacción de laboratorio, se introducen 63,30 g de la mezcla de componentes de acoplamiento preparada según B en una mezcla de 250,00 ml de HCl 2 N y 200,00 ml de agua. Se agita la suspensión resultante durante 1 hora, se
25 filtra entonces con succión y se lava con agua y se introduce la torta de filtración resultante en 200,00 ml de ácido acético al 80%.

Se añaden 100,00 ml de alcohol etílico a la suspensión resultante; se enfría la mezcla hasta aproximadamente 0°C y se
30 añade gota a gota la disolución diazoica preparada según A en el transcurso de 30 minutos a una temperatura de < 8°C.

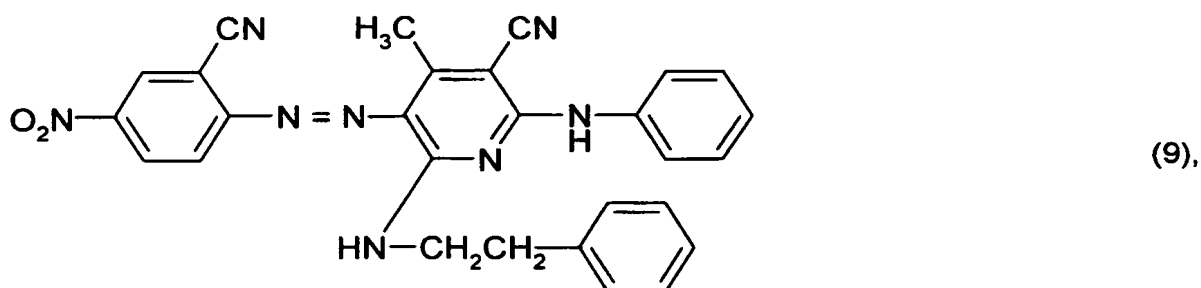
Se diluye la masa de reacción muy viscosa resultante con 150,00 ml de agua y se agita durante 3 horas a desde 5 hasta 10°C.

Se retira entonces por filtración el producto de reacción precipitado, con succión, se lava con agua y se seca.

Se obtienen 76,60 g de una mezcla de colorantes que consiste en los colorantes azoicos de fórmula



5 y



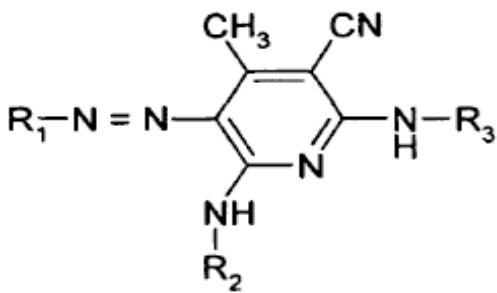
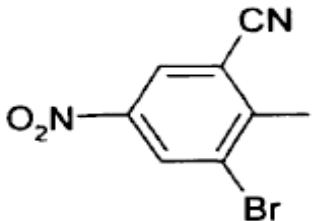
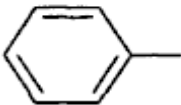
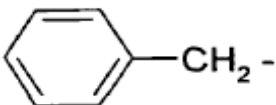
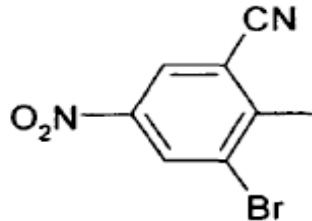
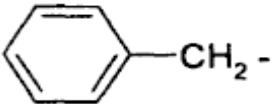
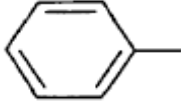
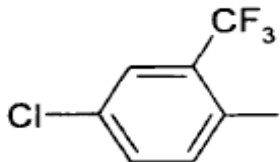
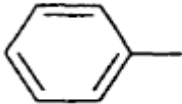
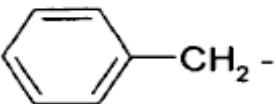
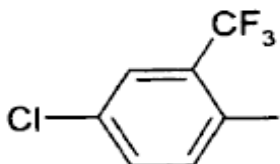
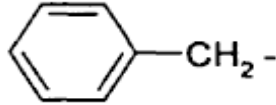
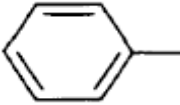
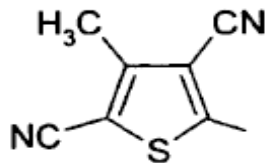
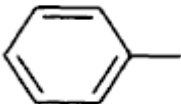
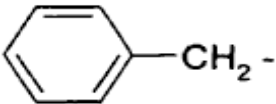
que colorean el poliéster con tonos rojos.

Si se requiere, los colorantes azoicos individuales de fórmulas (8) y (9) pueden aislarse mediante posterior separación cromatográfica.

10

De manera análoga al ejemplo 1, es posible preparar los colorantes azoicos incluidos en las tablas 1 y 2, que colorean asimismo el poliéster con tonos naranja a violeta-rojizo:

Tabla 1:

		
R ₁	R ₂	R ₃
		
		
		
		
		

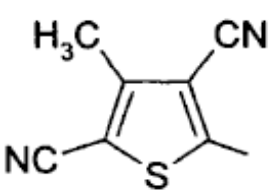
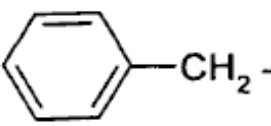
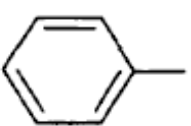
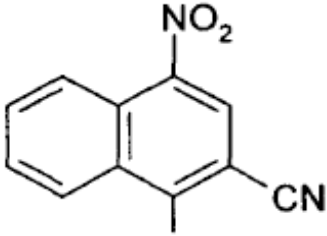
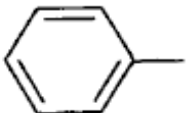
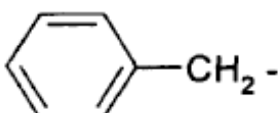
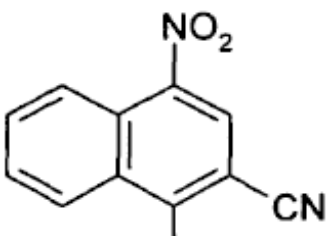
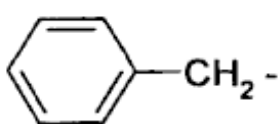
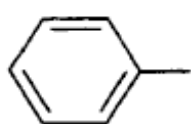
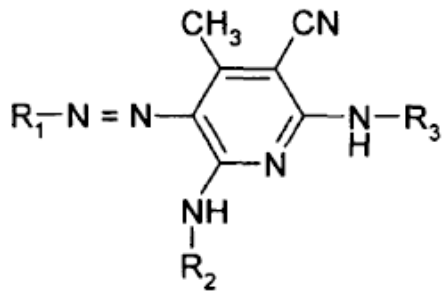
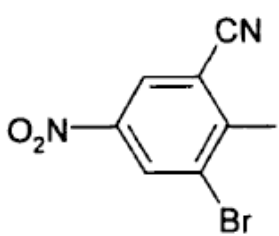
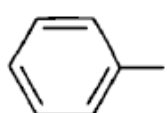
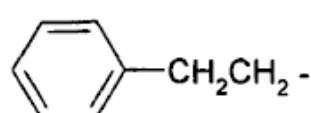
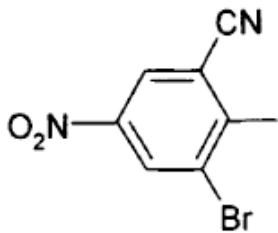
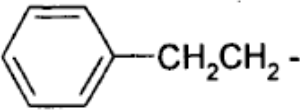
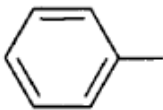
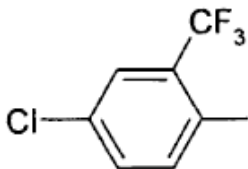
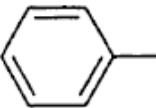
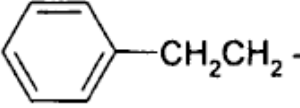
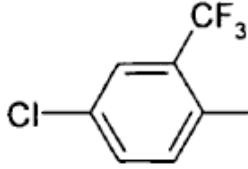
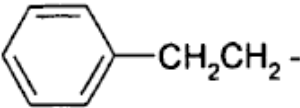
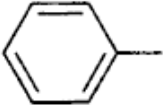
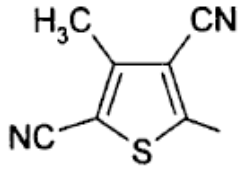
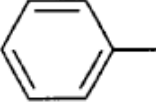
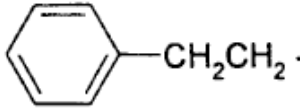
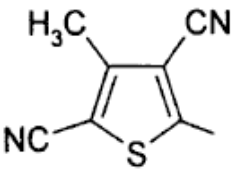
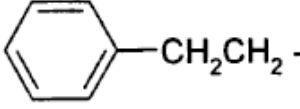
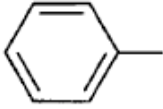
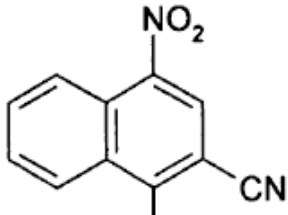
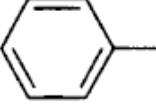
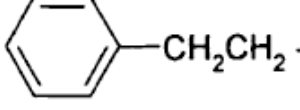
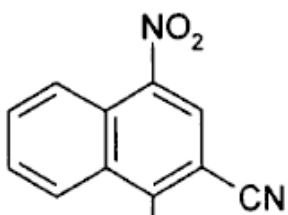
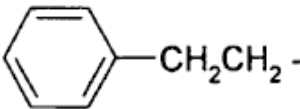
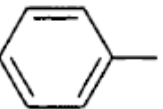
R_1	R_2	R_3
		
		
		

Tabla 2:

		
R_1	R_2	R_3
		

R ₁	R ₂	R ₃
		
		
		
		
		
		
		

Ejemplo 2:

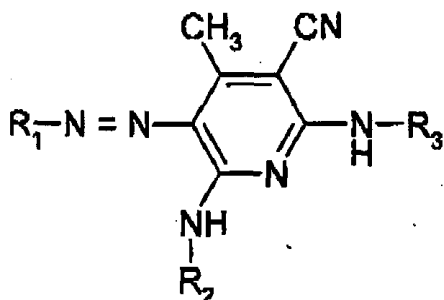
Usando una razón de líquido de 1:20, se sumergen 100 g de material textil de poliéster a temperatura ambiente en un líquido que contiene 0,07 g de una mezcla de colorantes que comprende los colorantes azoicos de fórmulas (2), (3), (4) y (5) en una razón de 1:1:1:1, 0,058 g de una mezcla de colorantes que comprende los colorantes de fórmulas (10) y (11) en una razón de 1:1, 0,57 g de un colorante de fórmula (12), 1 g/l de sulfato de amonio y 0,5 g/l de un agente de nivelación disponible comercialmente, habiéndose ajustado el líquido a un pH de 4,5 a 5 con ácido fórmico al 80%. Entonces se calienta el líquido en primer lugar hasta 60°C a una velocidad de calentamiento de 3°C/minuto y luego hasta 130°C a una velocidad de calentamiento de 2°C/minuto.

Se lleva a cabo la coloración a 130°C durante 60 minutos. Entonces se enfría el líquido hasta 40°C y se lava con agua el material textil de poliéster coloreado y se limpia de manera reductora durante 20 minutos a 70-80°C en un baño que contiene 5 ml/l de disolución de hidróxido de sodio al 30%, 2 g/l de disolución de ditionito de sodio al 85% y 1 g/l de un detergente disponible comercialmente. Entonces se lava la coloración terminada con agua y se seca.

Se obtiene una coloración violeta intensa de manera tintórea que tiene buenas propiedades globales, especialmente excelentes propiedades de solidez a la luz a alta temperatura.

REIVINDICACIONES

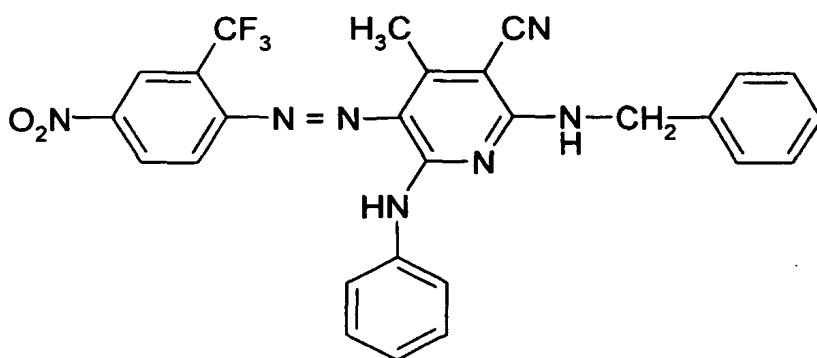
1. Colorante azoico de fórmula



(1),

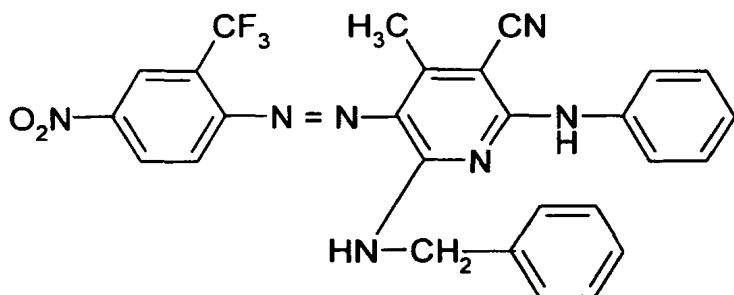
en la que

- 5 R_1 es 2-trifluorometil-4-nitrofenilo, 2-ciano-4-nitrofenilo, 2-ciano-4-nitro-6-bromofenilo, 2-trifluorometil-4-clorofenilo, 3,5-diciano-4-metil-2-tienilo o 2-ciano-4-nitro-1-naftilo, R_2 es fenilo, bencilo o 2-feniletilo y R_3 es fenilo, bencilo o 2-feniletilo,
- 10 con la condición de que o bien R_2 es fenilo y R_3 es bencilo o 2-feniletilo o bien R_3 es fenilo y R_2 es bencilo o 2-feniletilo.
2. Mezcla de colorantes que comprende al menos dos colorantes azoicos diferentes estructuralmente de fórmula (1) según la reivindicación 1.
- 15 3. Mezcla de colorantes según la reivindicación 2, que comprende los colorantes azoicos de fórmulas



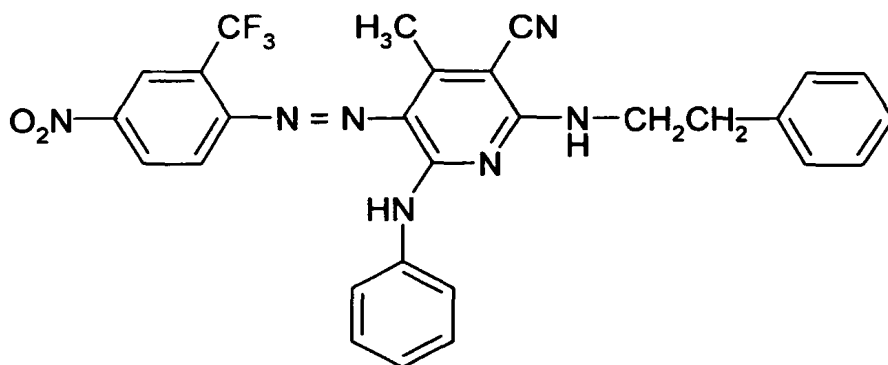
(2)

y



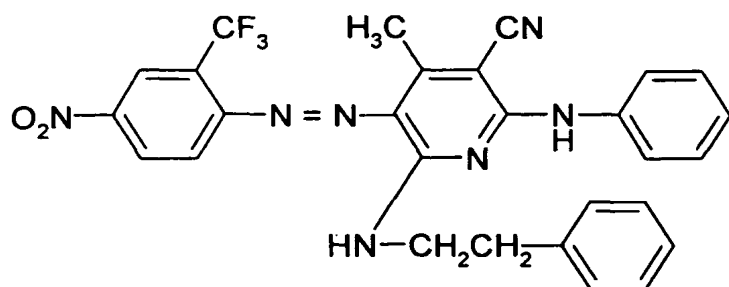
(3).

4. Mezcla de colorantes según la reivindicación 2, que comprende los colorantes azoicos de fórmulas



(4)

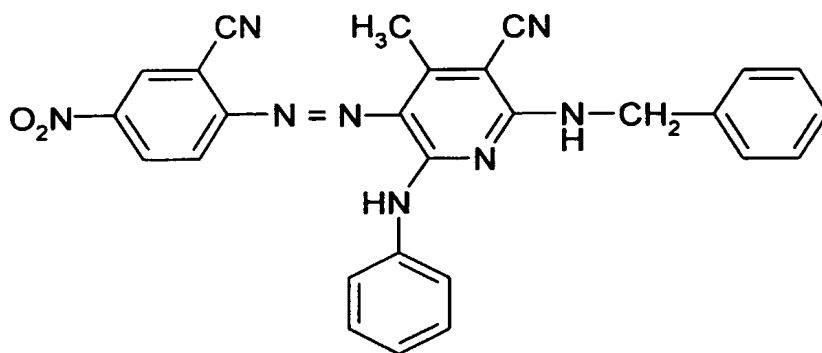
y



(5).

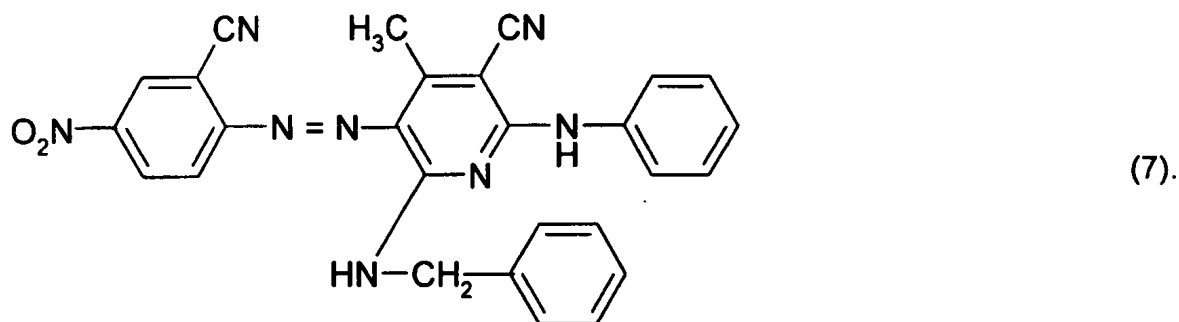
5

5. Mezcla de colorantes según la reivindicación 2, que comprende los colorantes azoicos de fórmulas

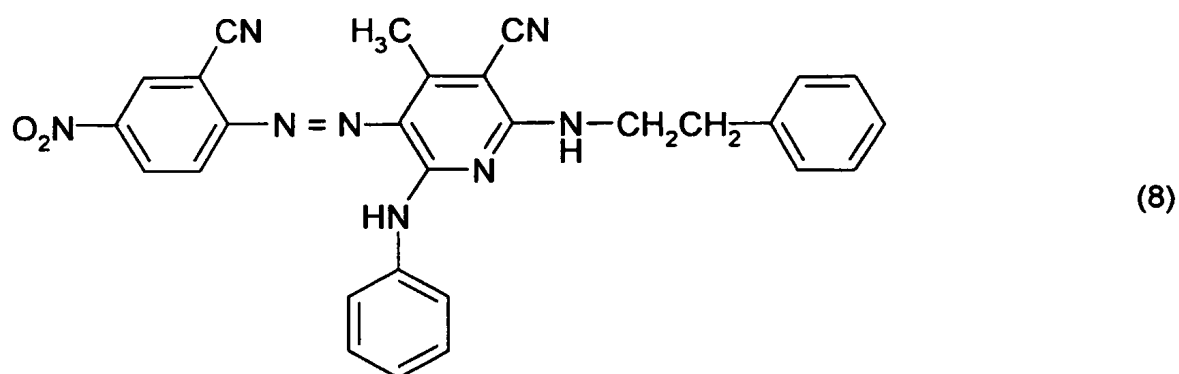


(6)

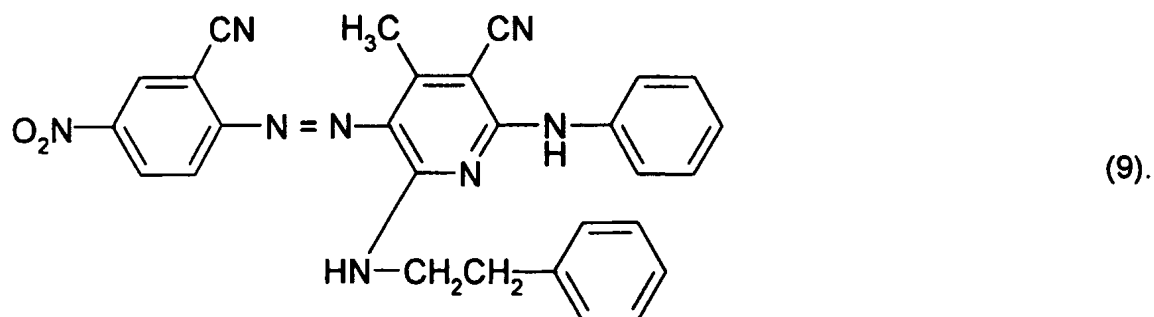
y



6. Mezcla de colorantes según la reivindicación 2, que comprende los colorantes azoicos de fórmulas



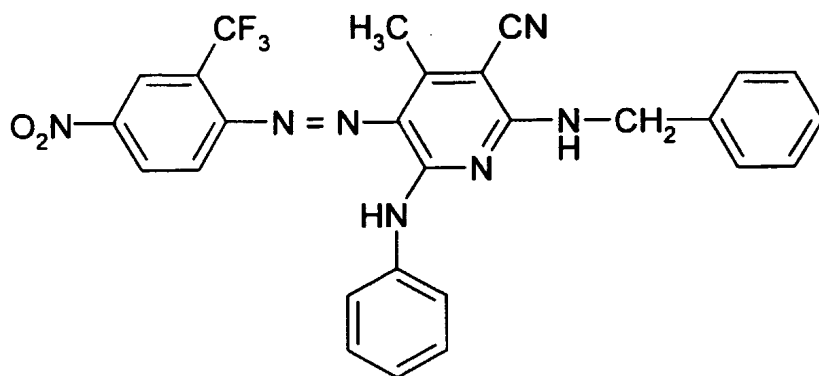
y



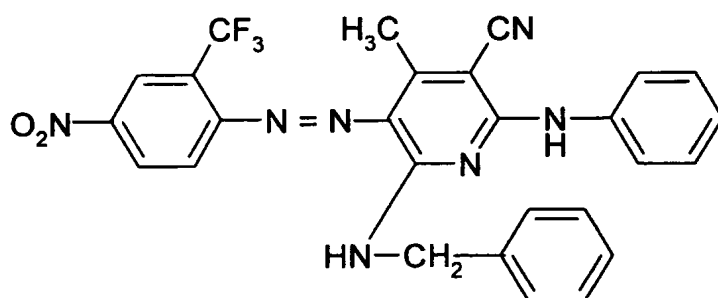
5

7. Mezcla de colorantes que comprende cuatro colorantes diferentes estructuralmente de fórmula (1) según la reivindicación 1.

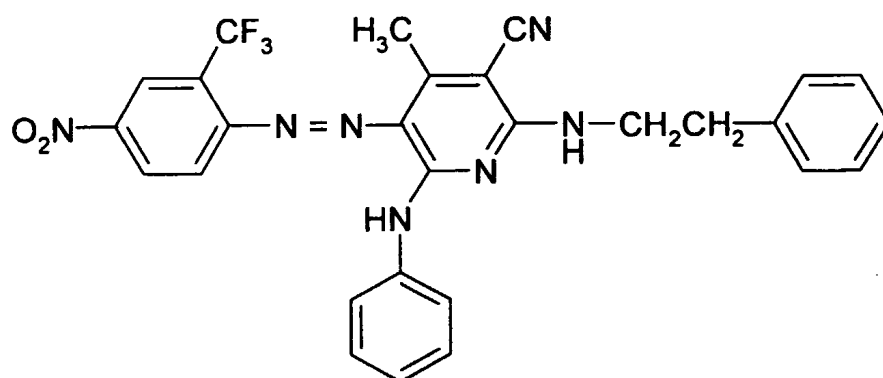
8. Mezcla de colorantes según la reivindicación 7, que
10 comprende los colorantes azoicos de fórmulas



(2),

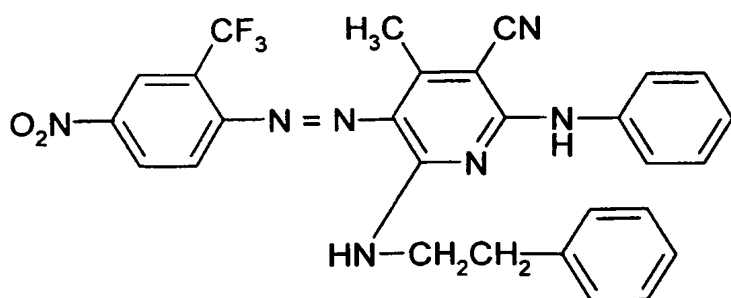


(3),



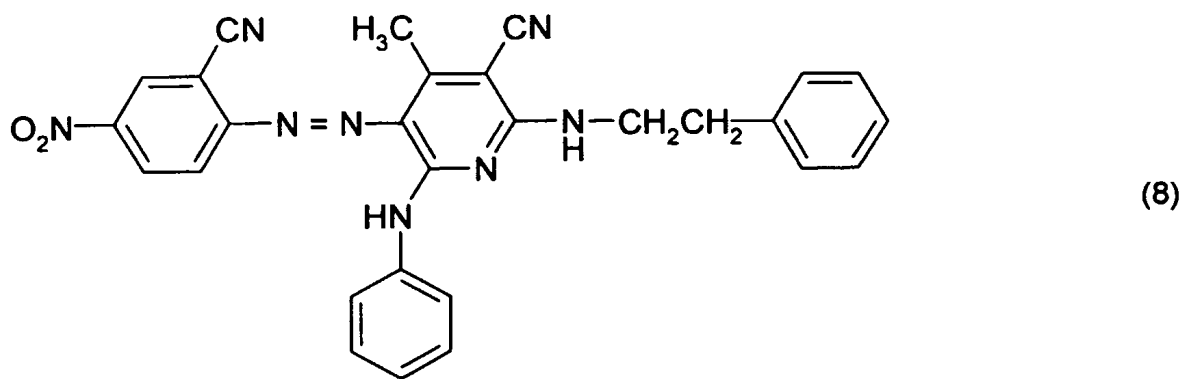
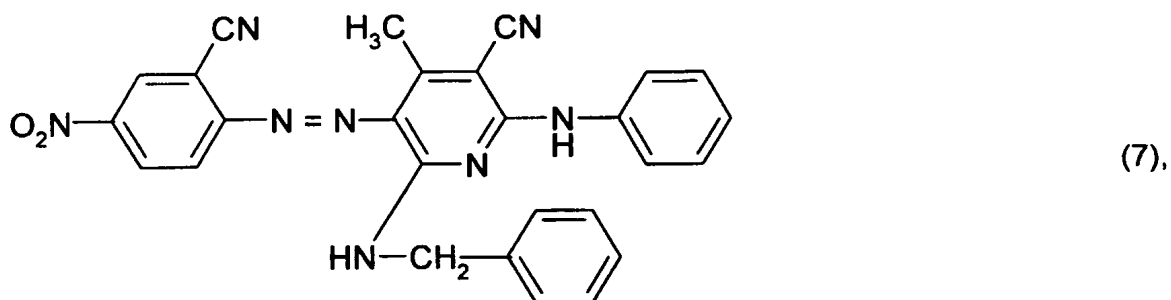
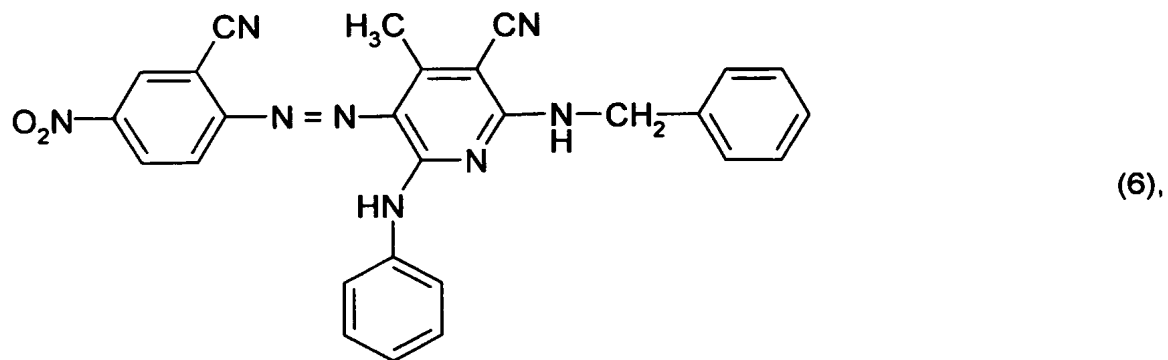
(4)

y

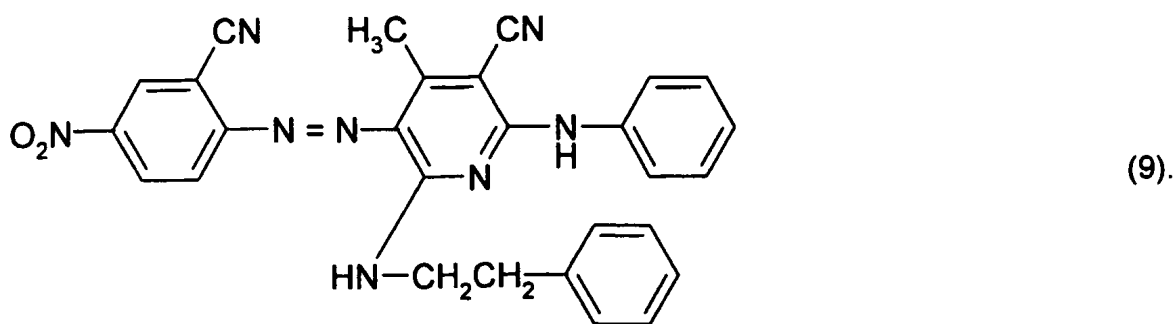


(5).

5 9. Mezcla de colorantes según la reivindicación 7, que comprende los colorantes azoicos de fórmulas



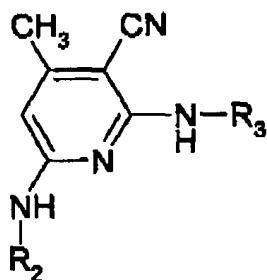
y



5 10. Procedimiento para la preparación de un colorante azoico de
fórmula (1) según la reivindicación 1, en el que un compuesto de
fórmula



se diazota según un procedimiento habitual y entonces se acopla
10 a un componente de acoplamiento de fórmula

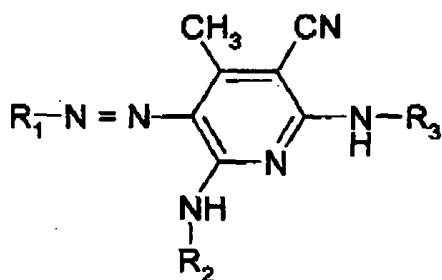


(51),

en la que R_1 , R_2 y R_3 son tal como se definieron para la fórmula (1).

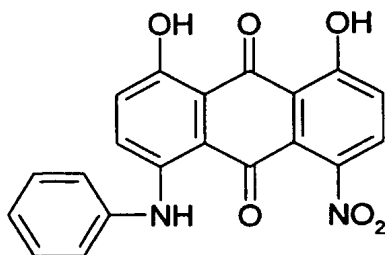
11. Procedimiento para la coloración o impresión de material
5 fibroso hidrófobo sintético o semisintético, en el que un colorante azoico de fórmula (1) según la reivindicación 1 o una mezcla de colorantes según la reivindicación 2, se aplica a dicho material o se incorpora en ese material.

12. Mezcla tricromática que comprende al menos un colorante
10 azoico de coloración roja de fórmula

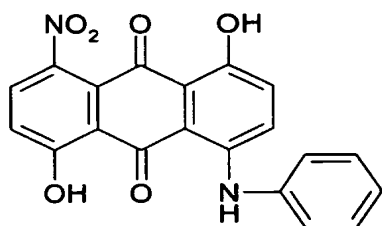


(1),

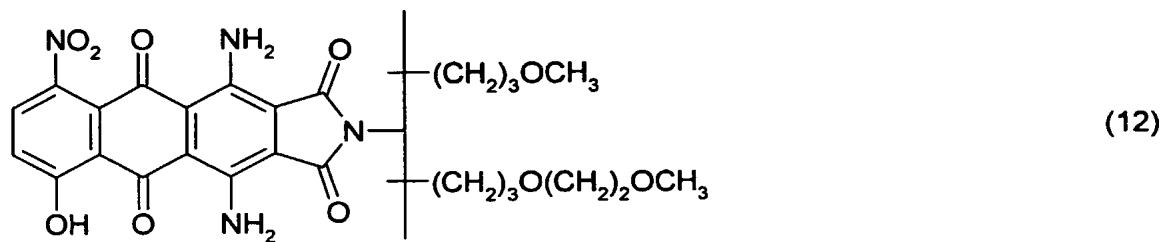
tal como se definió en la reivindicación 1,
al menos un colorante de coloración azul de fórmulas



(10),



(11),



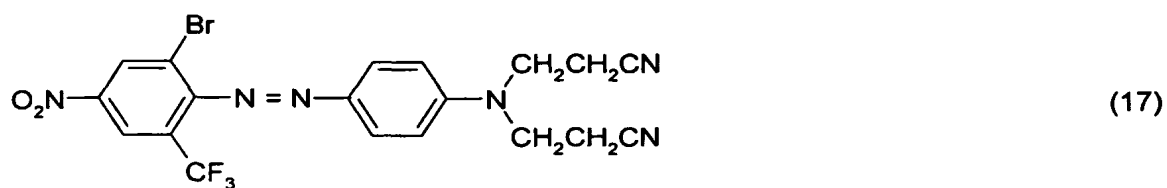
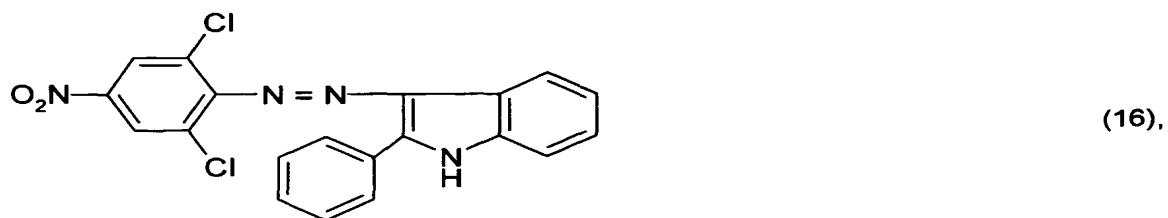
y/o



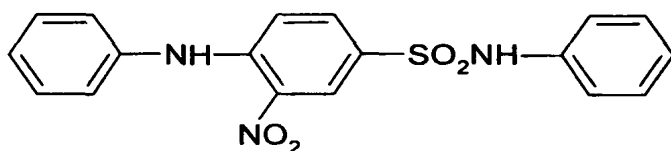
y al menos un colorante de coloración amarilla de fórmulas



5



10 y/o



(18).

13. Procedimiento para la impresión o coloración tricromática de material fibroso hidrófobo sintético o semisintético, en el que se usa una mezcla tricromática según la reivindicación 12.

5 14. Uso de un colorante azoico de fórmula (1) según la reivindicación 1 o de una mezcla de colorantes según la reivindicación 2, en la coloración o impresión de materiales fibrosos hidrófobos sintéticos o semisintéticos.

10 15. Material fibroso hidrófobo sintético o semisintético coloreado o impreso con un colorante de fórmula (1) según la reivindicación 1 o con una mezcla de colorantes según la reivindicación 2.