



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0026992

(51)^{2016.01} C09B 29/30; C09B 62/44; C09B 62/475; (13) B
D06P 5/30; C09B 62/513; C09D 11/328;
D06P 1/384; D06P 3/66; C07C 317/44;
C09B 62/51

(21) 1-2013-03065

(22) 05/03/2012

(86) PCT/EP2012/053724 05/03/2012

(87) WO 2012/136428 11/10/2012

(30) 11161503.5 07/04/2011 EP

(45) 25/01/2021 394

(43) 27/01/2014 310A

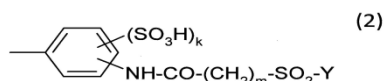
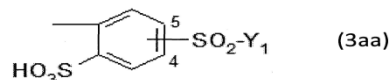
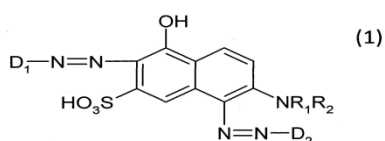
(73) HUNTSMAN ADVANCED MATERIALS (SWITZERLAND) GmbH (CH)
Legal Services Department, Klybeckstrasse 200 CH-4057 Basel, Switzerland

(72) ROENTGEN, Georg (DE); FEKETE, Laszlo (CH); NICOLLET, Michael (FR).

(74) Công ty TNHH Ban Ca (BANCA)

(54) THUỐC NHUỘM HOẠT TÍNH VÀ QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ THUỐC NHUỘM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến thuốc nhuộm hoạt tính có công thức (1), trong đó R₁ là hydro, R₂ là hydro, metyl hoặc gốc có công thức -CH₂-SO₃H, D₁ tương ứng với gốc có công thức (2), và D₂ là gốc có công thức (3aa), trong đó Y₁ là vinyl hoặc β-sulfatoethyl, Y là vinyl, β-cloethyl hoặc β-sulfatoethyl, k là 1 hoặc 2, và m là 2 hoặc 3. Sáng chế cũng đề cập đến quy trình điều chế thuốc nhuộm nêu trên, mực nước chứa thuốc nhuộm này và quy trình in vật liệu sợi dệt, giấy hoặc phim nhựa theo phương pháp in phun bao gồm việc sử dụng mực nước nêu trên.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến thuốc nhuộm hoạt tính trên sợi, quy trình điều chế thuốc nhuộm này và sử dụng chúng trong việc nhuộm hoặc in vật liệu sợi dệt.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thực tế việc nhuộm bằng thuốc nhuộm hoạt tính gần đây đòi hỏi cao hơn về chất lượng của thuốc nhuộm và hiệu quả kinh tế của quy trình nhuộm. Do đó, ngày càng có nhu cầu nhiều hơn về thuốc nhuộm hoạt tính có các tính chất được cải thiện, đặc biệt là trong việc sử dụng chúng.

Ngày nay, việc nhuộm đòi hỏi thuốc nhuộm hoạt tính có hiệu quả và đồng thời dễ dàng làm sạch phần thuốc nhuộm không cố định. Chúng cũng phải đạt được màu sắc tốt và hoạt tính cao, mục tiêu là thuốc nhuộm có độ cố định cao. Các thuốc nhuộm đã biết không đáp ứng được các yêu cầu này ở tất cả các tính chất.

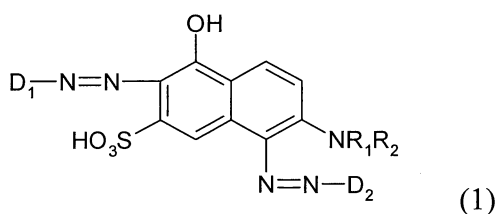
Thuốc nhuộm được đề cập đến trong JP-A-08-60017 và US-A-6,537,332 vẫn có một số nhược điểm liên quan đến các tính chất nêu trên.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là nhằm tìm kiếm một loại thuốc nhuộm hoạt tính được cải thiện có các tính chất đặc trưng ở trên cho việc nhuộm và in vật liệu sợi. Thuốc nhuộm này cần được phân biệt bởi các tính chất nâng cao tốt, năng suất cố định cao và tính ổn định liên kết thuốc nhuộm – sợi tốt và ngoài ra có thể rửa sạch thuốc nhuộm không được cố định vào sợi. Thuốc nhuộm cũng cần tạo ra các sản phẩm nhuộm có các tính chất độ bền màu tốt, ví dụ độ bền màu với ánh sáng và độ bền màu giặt.

Đã phát hiện ra rằng vấn đề nêu trên đã được giải quyết bằng thuốc nhuộm được xác định dưới đây.

Do đó, sáng chế đề xuất thuốc nhuộm hoạt tính có công thức:

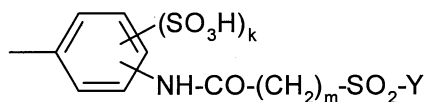


trong đó:

R_1 là hydro,

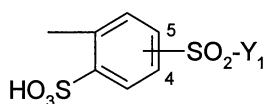
R_2 là hydro, metyl hoặc gốc có công thức $-\text{CH}_2-\text{SO}_3\text{H}$,

D_1 tương ứng với gốc có công thức



(2), và

D_2 là gốc có công thức



(3aa),

trong đó:

Y_1 là vinyl hoặc β -sulfatoethyl,

Y là vinyl, β -cloethyl hoặc β -sulfatoethyl,

k là 1 hoặc 2, và

m là 2 hoặc 3, tốt hơn là 3.

Mô tả chi tiết sáng chế

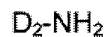
Vì C_1 - C_4 alkyl được xem xét cho R_2 , ví dụ, metyl, etyl, n-propyl, isopropyl, n-butyl, sec-butyl, isobutyl và tert-butyl, đặc biệt metyl và etyl. Các gốc alkyl R_2 có thể không được thế hoặc được thế, ví dụ, bằng hydroxy, sulfo, sulfato, xyano, carboxy, C_1 - C_4 alkoxy hoặc bằng phenyl, tốt hơn là bằng hydroxy, sulfo, C_1 - C_4 alkoxy hoặc bằng phenyl, và đặc biệt là bằng sulfo.

Theo phương án được ưu tiên, R_2 là hydro.

m đặc biệt tốt hơn là 3.

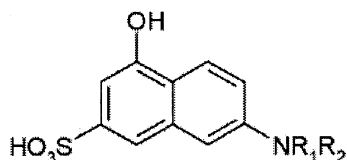
Sáng chế đề cập đến quy trình điều chế thuốc nhuộm có công thức (1) bao gồm các bước:

(i) diazo hóa khoảng một đương lượng mol của amin có công thức



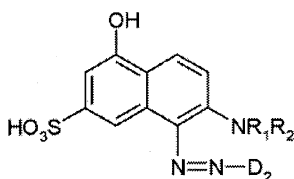
(6)

theo cách thông thường và cho phản ứng kết hợp với khoảng một đương lượng mol của hợp chất có công thức



(7)

(phản ứng kết hợp đầu tiên) để tạo hợp chất có công thức



(8a);

và

(ii) diazo hóa khoảng một đương lượng mol của amin có công thức



(9)

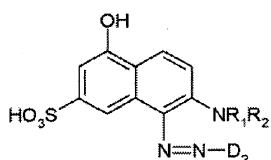
theo cách thông thường và phản ứng kết hợp với khoảng một đương lượng mol của hợp chất có công thức (8a) thu được theo (i) để tạo thành hợp chất có công thức (1), (phản ứng kết hợp thứ hai), trong đó mỗi D_1 , D_2 , R_1 và R_2 có định nghĩa và nghĩa được ưu tiên như nêu ở trên.

Diazo hóa amin có công thức (6) và (9) được thực hiện theo cách đã biết, ví dụ sử dụng nitrit, ví dụ nitrit kim loại kiềm như natri nitrit, trong môi trường axit khoáng, ví dụ trong môi trường axit clohydric, ở nhiệt độ, ví dụ, từ -5 đến 40°C và tốt hơn là từ 0 đến 20°C.

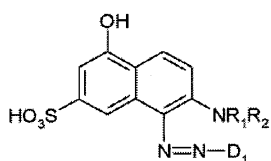
Việc kết hợp các thành phần kết hợp có công thức (7) và (8a) được thực hiện theo cách đã biết về bản chất trong axit hoặc trung tính hoặc giá trị pH kiềm nhẹ, ví dụ giá trị pH từ 0 đến 8, và ở nhiệt độ, ví dụ, từ -5 đến 40°C, tốt hơn là từ 0 đến 30°C.

Phản ứng kết hợp đầu tiên - (i) – diễn ra trong môi trường axit, ví dụ ở pH từ 0 đến 4, và phản ứng kết hợp thứ hai - (ii) - ở giá trị pH được tăng cao, trong môi trường axit nhẹ, trung tính hoặc muối kiềm nhẹ, ví dụ giá trị pH từ 4 đến 8.

Bằng cách xử lý như được mô tả ở trên nhưng thay vì sử dụng khoảng một đương lượng mol của mỗi amin có công thức (6) và (9) trong bước quy trình (i) và (ii), sử dụng trong mỗi trường hợp khoảng một đương lượng mol của hỗn hợp ít nhất hai, tốt hơn là hai, amin không tương đồng, ví dụ hỗn hợp mol 1 : 1 của hợp chất có công thức (6) và (9), thu được trước tiên, theo (i), hỗn hợp hợp chất có công thức

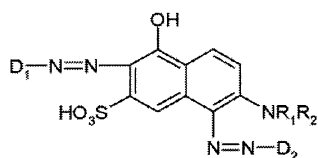


(8a) and

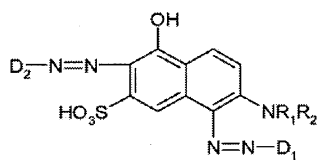


(8b)

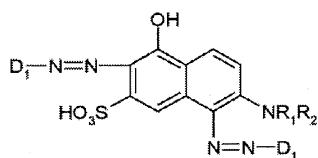
và, trên phản ứng tiếp của hỗn hợp hợp chất có công thức (8a) và (8b) theo (ii), hỗn hợp thuốc nhuộm có công thức (1), (1b), (1c) và (1d)



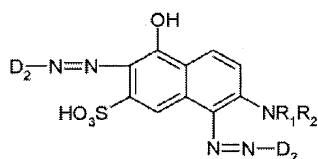
(1),



(1b),



(1c) and



(1d).

Do đó sáng chế đề cập đến hỗn hợp thuốc nhuộm bao gồm ít nhất một thuốc nhuộm có công thức (1) và (1b) cùng với ít nhất một thuốc nhuộm có công thức (1c)

và (1d), đặc biệt là một thuốc nhuộm có công thức (1), (1b), (1 c) và (1d), trong đó mỗi D_1 , D_2 , R_1 và R_2 có định nghĩa và nghĩa được ưu tiên được nêu ở trên.

Tỷ lệ của thuốc nhuộm có công thức (1), (1b), (1 c) và (1d) trong hỗn hợp có thể khác nhau trong giới hạn rộng và phụ thuộc vào tỷ lệ của amin cụ thể D_1-NH_2 và D_2-NH_2 được sử dụng theo (i) và (ii).

Hỗn hợp thuốc nhuộm ở trên chứa, ví dụ, từ 5 đến 95 % theo trọng lượng, đặc biệt là từ 10 đến 90% theo trọng lượng và tốt hơn là từ 20 đến 80% theo trọng lượng, của thuốc nhuộm có công thức (1) và/hoặc (1b), dựa vào tổng lượng thuốc nhuộm có công thức (1), (1b), (1c) và (1d) trong hỗn hợp.

Bản thân các hợp chất có công thức (6), (7) và (9) đã được biết hoặc có thể thu được theo cách đã biết.

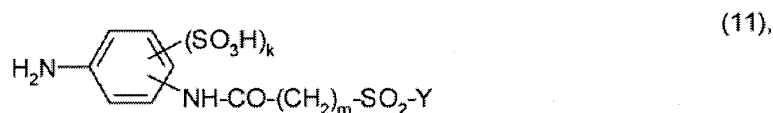
Ví dụ, hợp chất có công thức (6) trong đó D_2 là gốc có công thức (3a) nêu trên với Z_1 là gốc có công thức (4e) có thể được điều chế bằng cách ngưng tụ khoảng một đương lượng mol của 2,4,6-triclo-s-triazin hoặc 2,4,6-triflo-s-triazin đầu tiên với khoảng một đương lượng mol của hợp chất có công thức



ở giá trị pH trong dải trung tính và ở nhiệt độ thấp, ví dụ từ 0 đến 5°C.

Phản ứng ngưng tụ này đã được biết và được mô tả, ví dụ, trong EP-A-0 260 227 và US-A-4 841 049.

Một số hợp chất có công thức (9) là mới. Do đó, sáng chế cũng đề cập đến hợp chất có công thức



trong đó:

Y là vinyl hoặc gốc $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{U}$ và U là nhóm rời chuyển được trong điều kiện kiềm,

k là 2, và

m là 3,

trong đó Y có định nghĩa và nghĩa được ưu tiên như nêu ở trên.

Điều chế hợp chất có công thức (11) được mô tả trong phần thí nghiệm.

Thuốc nhuộm hoạt tính có công thức (1), hỗn hợp thuốc nhuộm chứa ít nhất một thuốc nhuộm có công thức (1) và (1b) cùng với ít nhất một thuốc nhuộm có công thức (1c) và (1d), và hợp chất có công thức (11) theo sáng chế ở dạng axit tự do hoặc, tốt hơn là, ở dạng muối của nó. Muối được xem xét là, ví dụ, muối kim loại kiềm, muối kim loại kiềm thổ và muối amoni, và muối của amin hữu cơ. Ví dụ, muối natri, lithi, kali và amoni và muối của mono-, di- hoặc tri-etanolamin.

Nếu thích hợp, sản phẩm cuối cùng cũng có thể trải qua phản ứng chuyển hóa. Phản ứng chuyển hóa này là, ví dụ, chuyển hóa nhóm phản ứng vinyl hóa chứa trong Z_1 hoặc Y thành dạng vinyl của nó bằng cách xử lý với dung dịch natri hydroxit, ví dụ chuyển hóa nhóm β -sulfatoethylsulfonyl hoặc β -cloethylsulfonyl thành gốc vinylsulfonyl hoặc chuyển hóa nhóm α,β -dihalopropionylamino thành gốc α -haloacryloylamino. Bản thân các phản ứng này đã được biết. Phản ứng chuyển hóa thường được thực hiện trong môi trường trung tính đến kiềm ở nhiệt độ, ví dụ, từ 20 đến 70°C, ở giá trị pH, ví dụ, từ 6 đến 14.

Thuốc nhuộm và hỗn hợp thuốc nhuộm theo sáng chế có hoạt tính trên sợi. Thuốc nhuộm hoạt tính trên sợi được hiểu là thuốc nhuộm có khả năng phản ứng với nhóm hydroxyl của xenluloza, với nhóm amino, carboxy, hydroxy hoặc thiol trong len hoặc sợi hoặc với nhóm amino và có thể là nhóm carboxy của polyamit tổng hợp để tạo hành liên kết hóa học cộng hóa trị.

Thuốc nhuộm và hỗn hợp thuốc nhuộm theo sáng chế thích hợp để nhuộm và in rất nhiều loại vật liệu, chẳng hạn như vật liệu sợi chứa nhóm hydroxyl hoặc chứa nhóm nitrogen. Ví dụ lụa, da, len, sợi polyamit và polyuretan và đặc biệt là các loại vật liệu sợi xenluloza. Vật liệu sợi xenluloza này là, ví dụ, sợi xenluloza tự nhiên, như bông, lanh và gai, và xenluloza và xenluloza tái tạo. Thuốc nhuộm và hỗn hợp thuốc nhuộm theo sáng chế thích hợp để nhuộm hoặc in sợi chứa nhóm hydroxyl có trong vải pha trộn, ví dụ hỗn hợp của bông với sợi polyeste hoặc sợi polyamit. Thuốc nhuộm

và hỗn hợp thuốc nhuộm theo sáng chế đặc biệt thích hợp để nhuộm hoặc in vật liệu sợi chứa xenluloza, đặc biệt là bông. Chúng có thể được sử dụng để nhuộm hoặc in vật liệu sợi polyamit tự nhiên hoặc tổng hợp.

Thuốc nhuộm và hỗn hợp thuốc nhuộm theo sáng chế có thể được sử dụng cho vật liệu sợi và cố định vào sợi theo nhiều cách, đặc biệt là ở dạng dung dịch thuốc nhuộm nước và hồ in nhuộm. Chúng thích hợp cho quy trình xả và để nhuộm theo quy trình nhuộm tấm, theo đó hàng hóa được ngâm tấm với dung dịch thuốc nhuộm dạng nước, tùy ý chứa muối và thuốc nhuộm được cố định, sau khi xử lý với kiềm hoặc có mặt kiềm, tùy ý gia nhiệt hoặc giữ ở nhiệt độ phòng trong một vài giờ. Sau khi cố định, vật liệu được nhuộm được giữ sạch với nước nóng và nước lạnh, tùy ý với có hoạt tính phân phối và thúc đẩy sự khuếch tán của thuốc nhuộm không cố định.

Thuốc nhuộm và hỗn hợp thuốc nhuộm theo sáng chế khác biệt bởi tính phản ứng cao, khả năng cố định tốt và khả năng tích tụ rất tốt. Do đó chúng có thể được sử dụng trong quy trình nhuộm tận trích ở nhiệt độ nhuộm thấp và chỉ yêu cầu thời gian hấp ngắn trong quá trình đậm hơi. Độ cố định cao và thuốc nhuộm không cố định có thể được rửa sạch dễ dàng, sự khác biệt giữa mức độ xả và mức độ cố định là khá nhỏ, điều đó có nghĩa là tổn lượng xả phòng rất nhỏ. Thuốc nhuộm và hỗn hợp thuốc nhuộm theo sáng chế đặc biệt thích hợp để in, đặc biệt hơn là trên bông và để in sợi chứa nitơ, ví dụ len hoặc lụa hoặc sợi vải pha trộn chứa len hoặc lụa.

Nhuộm và in sử dụng thuốc nhuộm theo sáng chế có sức bền thuốc nhuộm cao và tính ổn định liên kết thuốc nhuộm-sợi cao trong cả dải axit và bazơ, cũng như độ bền tốt với ánh sáng và tính chất bền ẩm rất tốt, như độ bền với giặt, nước, nước biển, với nhuộm xuyên qua và với đổ mồ hôi và độ bền cũng rất tốt với gấp nếp, ép nóng và cọ sát.

Thuốc nhuộm hoạt tính có công thức (1), và hỗn hợp thuốc nhuộm chứa ít nhất một thuốc nhuộm có công thức (1) và (1b) cùng với ít nhất một thuốc nhuộm có công thức (1 c) và (1d) theo sáng chế có thể được sử dụng thuận lợi kết hợp với các thuốc nhuộm hoạt tính khác, ví dụ, thuốc nhuộm nhuộm đen, xanh hải quân, xanh dương đậm như C.I. Reactive Black 5, hoặc thuốc nhuộm được mô tả trong US-A-4,622,390, US-A-6,458,936 và WO 2004/088031 (thuốc nhuộm có công thức (102), (104), (105), (106) và (107)).

Sáng chế đề cập đến mực nước chứa thuốc nhuộm hoạt tính có công thức (1), lần lượt có định nghĩa và nghĩa được ưu tiên như nêu trên áp dụng cho D₁, D₂, R₁ và R₂.

Thuốc nhuộm được sử dụng trong mực tốt hơn nếu có hàm lượng muối thấp, có nghĩa là chúng nên có tổng hàm lượng muối nhỏ hơn 0,5% theo trọng lượng, dựa trên trọng lượng của thuốc nhuộm. Thuốc nhuộm có hàm lượng muối tương đối cao do quá trình điều chế chúng và/hoặc do thêm chất pha loãng sau đó có thể được loại muối, ví dụ bằng quá trình tách màng, như siêu lọc, thẩm thấu ngược hoặc sự thẩm tách.

Mực tốt hơn là có tổng hàm lượng thuốc nhuộm từ 1 đến 35% theo trọng lượng, đặc biệt là từ 1 đến 30% theo trọng lượng và đặc biệt là từ 1 đến 20% theo trọng lượng, trên tổng trọng lượng của mực. Ở giới hạn thấp hơn, giới hạn là 1,5% theo trọng lượng, tốt hơn là 2% theo trọng lượng và tốt hơn nữa là 3% theo trọng lượng.

Mực có thể chứa dung môi hữu cơ có thể trộn lẫn với nước, ví dụ các rượu C₁-C₄, như metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, sec-butanol, tert-butanol và iso-butanol; amit, ví dụ dimetylformamit và dimetylaxetamit; keton hoặc rượu keton, ví dụ axeton và rượu diaxeton; ete, ví dụ tetrahydrofuran và dioxan; hợp chất dị vòng chứa nitơ, ví dụ N-metyl-2-pyrrolidon và 1,3-dimetyl-2-imidazolidon; polyalkylen glycol, ví dụ polyetylen glycol và polypropylen glycol; C₂-C₆-alkylen glycol và thioglycol, ví dụ etylen glycol, propylen glycol, butylen glycol, trietylen glycol, thiodiglycol, hexylen glycol và dietylen glycol; polyol khác, ví dụ glyxerol và 1,2,6-hexanetriol; và C₁-C₄alkyl ete của rượu polyhydric, ví dụ 2-metoxi-etanol, 2-(2-metoxi-etoxi)etanol, 2-(2-etoxi-etoxi)etanol, 2-[2-(2-metoxi-etoxi)-etoxi]etanol và 2-[2-(2-etoxi-etoxi)-etoxi]etanol; tốt hơn là N-metyl-2-pyrrolidon, dietylen glycol, glyxerol hoặc đặc biệt là 1,2-propylen glycol, thông thường với lượng từ 2 đến 30% theo trọng lượng, đặc biệt là từ 5 đến 30% theo trọng lượng và tốt hơn là từ 10 đến 25% theo trọng lượng, trên tổng trọng lượng của mực.

Mực cũng có thể chứa chất hoà tan, ví dụ ϵ -caprolactam.

Mực có thể chứa chất làm đặc có nguồn gốc tự nhiên hoặc tổng hợp ngoài những cái khác cho mục đích điều chỉnh độ nhớt.

Ví dụ về chất làm đặc có thể được đề cập bao gồm chất làm đặc alginat có bán trên thị trường, ete tinh bột hoặc ete bột đậu muông, đặc biệt là natri alginat trên đó hoặc hỗn hợp với xenluloza biến đổi, ví dụ metylxenluloza, etylxenluloza, carboxymetyl-xenluloza, hydroxyetylxenluloza, metyl hydroxyetylxenluloza, hydroxypropyl xenluloza hoặc hydroxypropyl metylxenluloza, đặc biệt là từ 20 đến 25% theo trọng lượng carboxy-metylxenluloza. Chất làm đặc tổng hợp có thể được đề cập ở đây, ví dụ, những chất dựa trên axit poly(met)acrylic hoặc poly(met)acrylamit.

Mực chứa các chất làm đặc này, ví dụ, với lượng từ 0,01 đến 2% theo trọng lượng, đặc biệt là từ 0,01 đến 1 % theo trọng lượng và tốt hơn là từ 0,01 đến 0,5% theo trọng lượng, trên tổng trọng lượng của mực.

Mực cũng có thể chứa các chất đệm, ví dụ borax, borat, phosphat, polyphosphat hoặc xitrat. Ví dụ bao gồm borax, natri borat, natri tetraborat, natri dihydro phosphat, dinatri hydro phosphat, natri tripolyphosphat, natri pentapolyphosphat và natri xitrat. Chúng được sử dụng đặc biệt với lượng từ 0,1 đến 3% theo trọng lượng, tốt hơn là từ 0,1 đến 1% theo trọng lượng, trên tổng trọng lượng của mực, để tạo giá trị pH, ví dụ, từ 4 đến 9, đặc biệt là 5 đến 8,5.

Làm chất phụ gia khác, mực có thể chứa chất hoạt động bề mặt hoặc chất giữ độ ẩm.

Chất hoạt động bề mặt thích hợp bao gồm chất hoạt động bề mặt anion hoặc không ion có mặt trên thị trường. Chất giữ độ ẩm trong mực theo sáng chế được xem xét, ví dụ, ure hoặc hỗn hợp của natri lactat (tốt hơn ở dạng dung dịch nước 50% đến 60%) và glycerol và/hoặc propylen glycol với lượng thích hợp từ 0,1 đến 30% theo trọng lượng, đặc biệt là từ 2 đến 30 % theo trọng lượng.

Được ưu tiên hơn là mực có độ nhớt từ 1 đến 40 mPa-s, đặc biệt là từ 1 đến 20 mPa-s và tốt hơn nữa là từ 1 đến 10 mPa-s.

Mực cũng có thể bao gồm chất phụ gia thông thường, như chất chống bột hoặc đặc biệt là chất ức chế sự phát triển của nấm và/hoặc vi khuẩn. Các chất phụ gia này thường được sử dụng với lượng từ 0,01 đến 1% theo trọng lượng, trên tổng trọng lượng của mực.

Mực có thể được điều chế theo cách thông thường bằng cách trộn lẫn các thành phần riêng lẻ vào lượng nước mong muốn.

Mực theo sáng chế đặc biệt thích hợp để sử dụng trong hệ thống ghi của một vật trong đó mực được ép từ miệng nhỏ ở dạng giọt trực tiếp lên chất nền mà trên đó tạo ra hình ảnh. Các chất thích hợp, ví dụ, giấy, vật liệu sợi dệt màng nhựa. Hệ thống ghi thích hợp là, ví dụ, máy in phun có bán trên thị trường để sử dụng in giấy hoặc vải dệt hoặc thiết bị ghi, như bút máy hoặc bút bi và đặc biệt là máy in phun.

Phụ thuộc vào bản chất sử dụng nó, cần có ví dụ độ nhớt hoặc các tính chất vật lý khác của mực, đặc biệt là các tính chất tác động đến ái lực cho chất nền nêu trên, được biến đổi cho phù hợp.

Ví dụ về giấy có thể được in bằng mực theo sáng chế có thể nói đến giấy in phun có trên thị trường, giấy ảnh, giấy bóng, giấy nhựa tráng, ví dụ giấy in phun Epson, giấy ảnh Epson, giấy bóng Epson, phim bóng Epson, giấy in phun HP, giấy ảnh bóng Encad và giấy ảnh Ilford. Phim nhựa có thể được in bằng mực theo sáng chế là, ví dụ, trong suốt hoặc mờ/đục. Phim nhựa thích hợp là, ví dụ, phim trong suốt 3M.

Vật liệu sợi dệt được xem xét là, ví dụ, vật liệu sợi chứa nito hoặc vật liệu sợi chứa nhóm hydroxy, ví dụ vật liệu sợi dệt xenluloza, lụa, len hoặc polyamit tổng hợp, tốt hơn là xenluloza.

Sáng chế đề cập đến phương pháp in vật liệu sợi dệt, giấy hoặc phim nhựa, tốt hơn là vật liệu sợi dệt hoặc giấy và đặc biệt là vật liệu sợi dệt, bằng phương pháp in phun, trong đó mực nước chứa thuốc nhuộm hoạt tính có công thức (1) được sử dụng, có định nghĩa và nghĩa được ưu tiên như nêu ở trên áp dụng cho D_1 , D_2 , R_1 và R_2 .

Trong phương pháp in phun, từng giọt mực được phun lên trên chất nền theo cách có kiểm soát từ vòi phun. Cho mục đích này, chủ yếu là phương pháp in phun liên tục và phương pháp nhả theo yêu cầu được sử dụng. Trong phương pháp in phun liên tục, các giọt được tạo ra liên tục và bất kỳ giọt nào không cần cho việc in được truyền đến một chậu hứng và tuần hoàn lại, trong khi trong phương pháp nhả theo yêu cầu các giọt được tạo ra và in khi được yêu cầu; nói cách khác các giọt được tạo ra khi có yêu cầu in. Việc tạo ra các giọt có thể được tiến hành, ví dụ, bằng các đầu in phun piezo hoặc bằng năng lượng nhiệt (in phun bọt). Tốt hơn là để in bằng đầu in phun

piezo cho phương pháp theo sáng chế. Ngoài ra, được ưu tiên hơn là in theo phương pháp in phun liên tục đối với phương pháp theo sáng chế.

Các bản ghi, ví dụ in, được tạo ra đặc biệt khác biệt ở cường độ màu ở mức độ cao và độ sáng của màu và các tính chất bền màu ướt và ánh sáng.

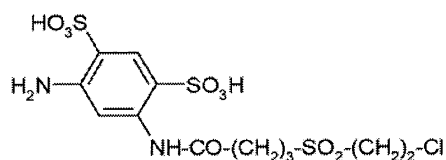
Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau nhằm minh hoạ sáng chế. Trừ khi có chỉ định nào khác, nhiệt độ được xác định là nhiệt độ bách phân, các phần là phần theo trọng lượng và phần trăm đề cập đến % theo trọng lượng. Phần theo trọng lượng đề cập đến phần theo thể tích ở tỷ lệ của kilogam trên lít.

Ví dụ 1:

Hoà tan 80,5g axit 1,3-phenylendiamin-4,6-disulfonic trong 300ml nước ở giá trị pH 6 đến 7 bằng 60ml dung dịch nước natri hydroxit (30%). Sau đó, thêm nước vào để điều chỉnh thể tích của hỗn hợp đến 500ml. Cho vào 250g đá bào, và thêm từ từ 189g 4-(2-cloetylsulfonyl)-butyrylclorit trong khi khuấy mạnh hỗn hợp. Trong quá trình thêm, duy trì nhiệt độ và pH của hỗn hợp phản ứng ở 0 đến 3°C và pH = 5 bằng đá bào và nước soda (dung dịch 20%).

Sau khi phản ứng kết thúc lọc loại bỏ các phần không tan. Điều chỉnh dung dịch thu được đến pH 1,5 bằng axit clohydric (32%). Thêm natri clorua có khuấy để kết tủa sản phẩm. Tách kết tủa và hoà vào nước. Thêm nước soda (20%) để hoà tan kết tủa ở giá trị pH 4. Điều chỉnh dung dịch thu được đến pH 1,5 bằng axit clohydric (32%). Thêm natri clorua có khuấy để kết tủa sản phẩm. Tách kết tủa và hoà vào nước. Thêm nước soda (20%) để hoà tan kết tủa ở giá trị pH 6,5. Dung dịch chứa sản phẩm chính là hợp chất ở dạng axit tự do tương ứng với công thức

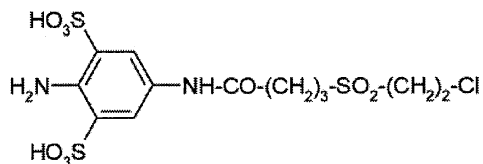


(101).

Ví dụ 2:

Hoà tan 80,5g axit 1,4-phenylendiamin-2,6-disulfonic trong 300ml nước ở quanh pH 7 bằng 30ml dung dịch nước natri hydroxit (30%). Điều chỉnh thể tích của

hỗn hợp đến 400ml bằng cách thêm nước. Cho vào 300g đá bào và thêm từng bước 82g 4-(2-cloetylsulfonyl)-butyrylclorit trong khi khuấy mạnh hỗn hợp, và duy trì pH ở 7,0 bằng nước soda (dung dịch 20%). Trong quá trình thêm, duy trì nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng ở 0 đến 5°C bằng đá bào. Sau khi phản ứng kết thúc thêm nước để tăng thể tích của hỗn hợp đến 900ml. Lọc tách các phần không tan. Dung dịch chứa sản phẩm chính là hợp chất ở dạng axit tự do tương ứng với công thức

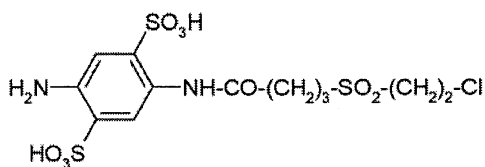


(102).

Ví dụ 3:

Hoà tan axit 161g 1,4-phenylendiamin-2,5-disulfonic trong 800ml nước ở giá trị pH 7 bằng 120ml dung dịch nước natri hydroxit (30%). Sau đó, thêm 1000g đá bào và điều chỉnh pH hỗn hợp đến 4,8 bằng cách thêm 20ml axit clohydric (32%). Sau đó thêm từ từ 245g 4-(2-cloetylsulfonyl)-butyrylclorit, trong khi khuấy mạnh hỗn hợp. Trong quá trình thêm, duy trì nhiệt độ và pH của hỗn hợp phản ứng ở 0 đến 10°C và pH 5 bằng đá bào và nước soda (dung dịch 20%).

Sau khi phản ứng kết thúc lọc tách các phần không tan qua Dicalit ở xấp xỉ 10°C. Dung dịch chứa sản phẩm chính là hợp chất ở dạng axit tự do tương ứng với công thức



(103).

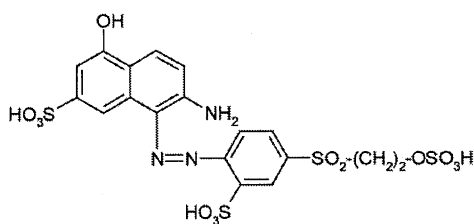
Sản phẩm có thể được tách bằng thẩm tách dung dịch để loại bỏ muối và sau đó cô đặc bằng cách làm bay hơi trong chân không.

Ví dụ 4:

(a) Diazo hóa: Làm lạnh 704g dung dịch thu được theo Ví dụ 1 xuống 10°C và axit hoá bằng 15ml axit clohydric (32%). Ở 10°C, thêm 12,5ml dung dịch natri nitrit

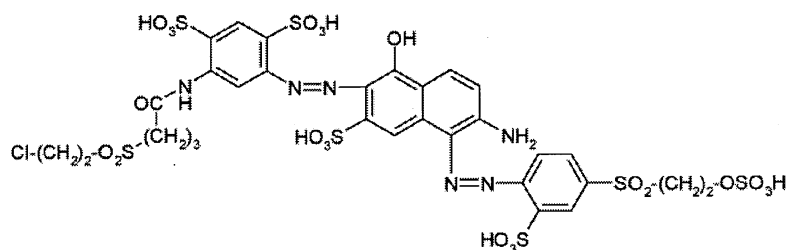
4N vào dung dịch thu được. Khuấy hỗn hợp phản ứng trong 30 phút và phân hủy nitrit dư bằng cách thêm axit sulfamic. Thu được hỗn dịch màu vàng.

(b) Phản ứng kết hợp thứ hai: Cho 2,5g dinatri hydro phosphat vào 385g dung dịch nước chứa xấp xỉ 30,6g hợp chất có công thức



(104).

Điều chỉnh nhiệt độ của dung dịch đến 5°C và thêm từ từ hỗn dịch màu vàng thu được theo bước (a) ở trên, trong khi duy trì hỗn hợp ở giá trị pH 5 bằng cách thêm nước soda (dung dịch 20%). Khi việc kết hợp hoàn tất, loại bỏ muối ở dung dịch nhuộm bằng thẩm tách và cô đặc bằng cách làm bay hơi trong chân không để thu được sản phẩm chủ yếu là hợp chất ở dạng axit tự do tương ứng với công thức



(105).

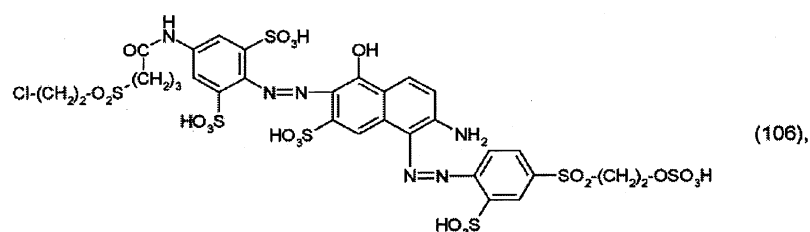
($\lambda_{\max}$: 502nm) và nhuộm xenluloza màu đỏ có các đặc tính toàn diện tốt.

Hợp chất có công thức (104) có thể thu được theo quy trình được mô tả trong Ví dụ 21 của US-A-7,572,301 hoặc Ví dụ 26 của US-A-6,537,332 (phản ứng kết hợp đầu tiên). Hợp chất Monoazo trong phạm vi của sáng chế tương tự với hợp chất có công thức (104) có thể thu được theo quy trình tương tự được mô tả trong US-A-7,572,301 và US-A-6,537,332 (phản ứng kết hợp đầu tiên).

Ví dụ 5:

(a) Diazo hóa: Làm lạnh 382,6g dung dịch thu được theo Ví dụ 2 xuống 10°C và axit hoá bằng 28ml axit clohydric (32%). Ở 10°C, thêm vào dung dịch thu được 25ml dung dịch natri nitrit 4N. Khuấy hỗn hợp phản ứng trong 30 phút và phân hủy nitrit dư bằng cách thêm axit sulfamic. Thu được hỗn dịch màu vàng.

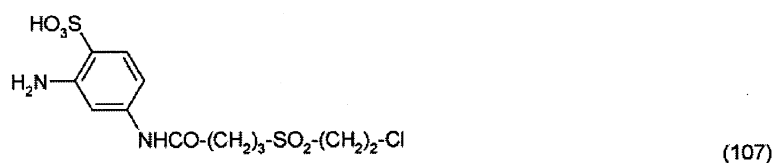
(b) Phản ứng kết hợp thứ hai: thêm 20g dung dịch dinatri hydro phosphat (25%) vào hỗn dịch màu vàng thu được theo bước (a) ở nhiệt độ 5°C. Thêm 769,3g dung dịch nước chứa xấp xỉ 61,2g hợp chất có công thức (104) vào dung dịch được làm lạnh và khuấy này, trong khi duy trì hỗn hợp phản ứng ở giá trị pH 5 bằng cách thêm nước soda (20% dung dịch). Hoàn tất việc kết hợp bằng cách khuấy liên tục và liên tục tăng pH của hỗn hợp phản ứng tới pH 7,5 bằng cách thêm tiếp nước soda (dung dịch 20%). Sau đó, dung dịch thuốc nhuộm thu được điều chỉnh pH 6, loại hoàn toàn muối bằng cách thẩm tách và cô đặc bằng cách làm bay hơi trong chân không để thu được sản phẩm chủ yếu chứa hợp chất ở dạng axit tự do tương ứng với công thức



($\lambda_{\max}$: 490nm) và thuốc nhuộm xenluloza ở gam màu đỏ nâu với các tính chất toàn diện tốt.

Ví dụ 6:

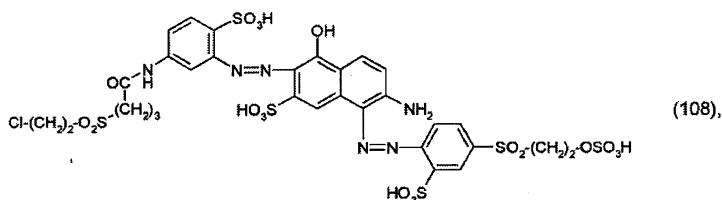
(a) Diazo hóa: 218,2g amin có công thức



được tạo hỗn dịch trong 500ml nước và điều chỉnh thể tích của hỗn dịch đến 2800ml bằng cách cho thêm nước. Thêm 196g natri clorua và axit hoá hỗn hợp bằng 121ml axit clohydric (32%). Ở nhiệt độ phòng, thêm 136ml dung dịch natri nitrit 4N vào dung dịch thu được trong vòng 45 phút. Khuấy hỗn dịch thu được đến khi phản ứng kết thúc và phân hủy nitrit dư bằng cách thêm axit sulfamic.

(b) Phản ứng kết hợp thứ hai: 3645g dung dịch nước chứa xấp xỉ 318g hợp chất có công thức (104) được điều chỉnh đến pH 6,5 bằng cách thêm nước soda (dung dịch 20%). thêm từ từ 3192g hỗn dịch thu được theo bước (a) ở trên, trong khi duy trì hỗn hợp ở giá trị pH 6,5 bằng cách thêm nước soda (dung dịch 20%). Phản ứng kết hợp sẽ

kết thúc khi để qua đêm. Điều chỉnh hỗn hợp phản ứng pH 5,5 bằng axit clohydric (32%). Sau đó, dung dịch thuốc nhuộm được loại bỏ muối bằng thẩm tách và cô đặc bằng cách làm bay hơi trong chân không để thu được sản phẩm chứa chủ yếu là hợp chất ở dạng axit tự do tương ứng với công thức

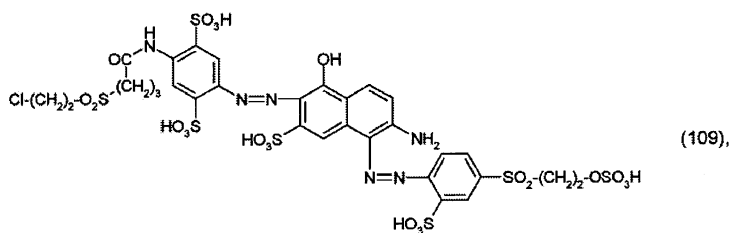


($\lambda_{\max}$: 506nm) và nhuộm xenluloza màu đỏ với các tính chất toàn diện tốt.

Ví dụ 7:

(a) Diazo hóa: 26,3g sản phẩm tách được thu được theo Ví dụ 3 được phân tán trong 200ml nước. Axit hoá hỗn hợp bằng 10ml axit clohydric (32%). Ở nhiệt độ từ 15-25°C, thêm 8,2ml dung dịch natri nitrit 4N vào dung dịch thu được trong vòng 40 phút. Khuấy hỗn dịch thu được đến khi phản ứng hoàn tất và phân hủy nitrit dư bằng cách thêm axit sulfamic,

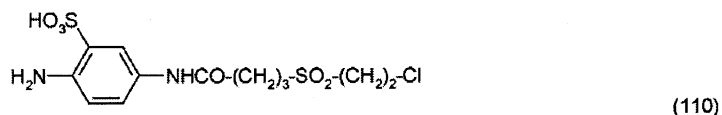
(b) Phản ứng kết hợp thứ hai: 298g dung dịch nước chứa xấp xỉ 20,1g hợp chất có công thức (104) được điều chỉnh đến pH 6,5 bằng cách thêm nước soda (dung dịch 20%). Thêm từ từ hỗn dịch thu được theo bước (a) ở trên, trong khi duy trì hỗn hợp ở pH 6,5-7,5 bằng cách thêm nước soda (dung dịch 20%). Điều chỉnh hỗn hợp phản ứng đến pH 5,5 bằng axit clohydric (32%) và để phản ứng kết hợp hoàn tất qua đêm. Sau đó, loại muối khỏi dung dịch thuốc nhuộm bằng cách thẩm tách và cô đặc bằng cách làm bay hơi trong chân không để thu được 50,2g sản phẩm chứa chủ yếu là hợp chất ở dạng axit tự do tương ứng với công thức



($\lambda_{\max}$: 514nm) và nhuộm xenluloza màu đỏ với các tính chất toàn diện tốt.

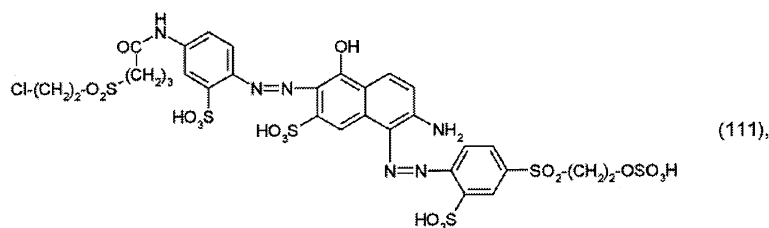
Ví dụ 8:

(a) Diazo hóa: 9,6g amin có công thức



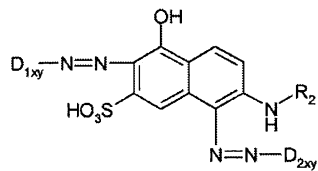
hòa vào trong 100ml nước và thể tích của hỗn dịch điều chỉnh 125ml thêm thêm nước. Thêm 8,8g natri clorua và hỗn hợp được axit hoá bằng 5,4ml axit clohydric (32%). Ở nhiệt độ phòng, thêm 6,2ml dung dịch natri nitrit 4N vào dung dịch thu được trong vòng 45 phút. Khuấy hỗn dịch thu được đến khi phản ứng hoàn tất và phân hủy nitrit dư bằng cách thêm axit sulfamic.

(b) Phản ứng kết hợp thứ hai: 183g hỗn dịch thu được theo bước (a) ở trên thêm vào 193g dung dịch nước chứa xấp xỉ 12,2g hợp chất có công thức (104), và điều chỉnh hỗn hợp đến pH 7,5 bằng cách thêm nước soda (dung dịch 20%). Sau khi hoàn tất phản ứng kết hợp, điều chỉnh hỗn hợp phản ứng đến pH 5,5 bằng axit clohydric (32%). Sau đó, loại muối khỏi dung dịch thuốc nhuộm bằng cách thẩm tách và cô đặc bằng cách làm bay hơi trong chân không để thu được 23,7g sản phẩm chứa chủ yếu là hợp chất ở dạng axit tự do tương ứng với công thức



($\lambda_{\max}$: 522 nm) và nhuộm xenluloza màu đỏ với các tính chất toàn diện tốt.

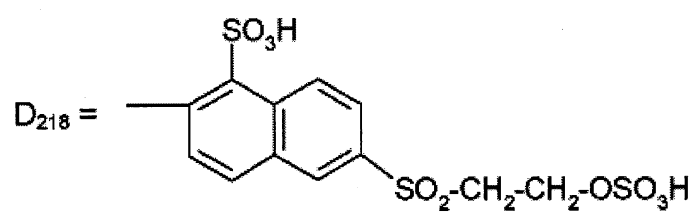
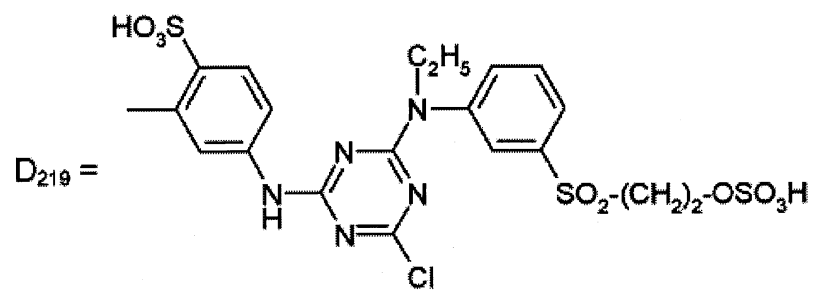
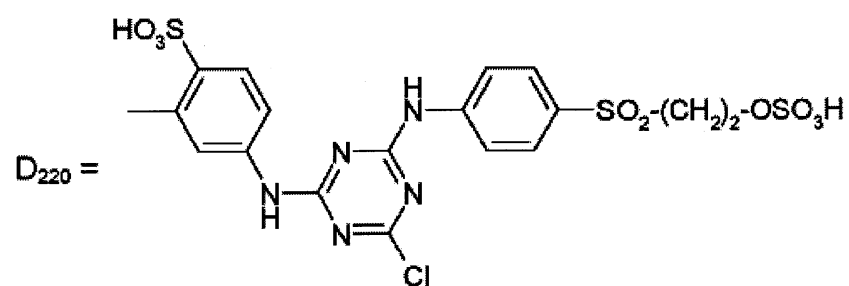
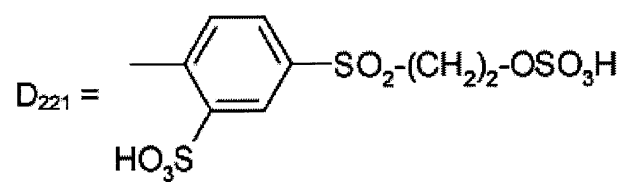
Ví dụ 9 đến 35: Theo quy trình tương tự với quy trình được mô tả trong một trong các ví dụ từ 4 đến 8, nhưng sử dụng một lượng đương lượng mol của amin có công thức $D_{2xy}-NH_2$ cho phản ứng kết hợp đầu tiên, và một lượng đương lượng mol của một amin khác có công thức $D_{1xy}-NH_2$ cho phản ứng kết hợp thứ hai, và, trường hợp có thể, axit 2-metylamino-5-naphtol-7-sulfonic hoặc axit 2-sulfometylamino-5-naphtol-7-sulfonic thay vì axit 2-amino-5-naphtol-7-sulfonic, thu được hợp chất ở dạng axit tự do tương ứng với công thức chung (112), trong đó D_{1xy} , D_{2xy} và R_2 có nghĩa như được xác định trong Bảng 1, 2 và 3.



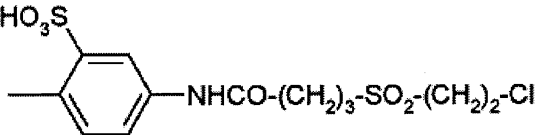
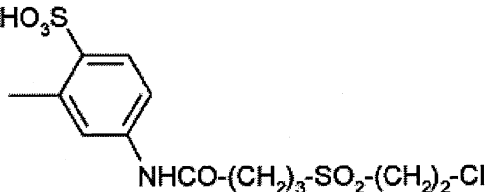
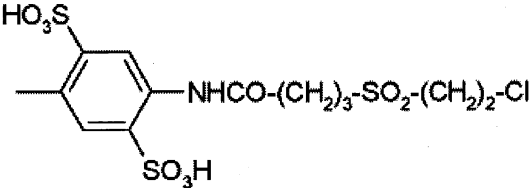
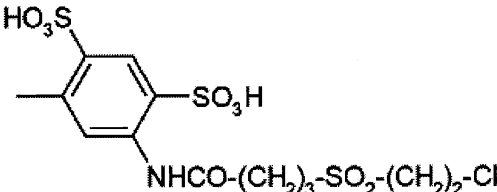
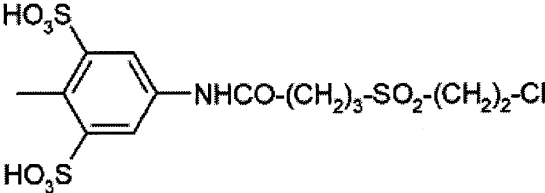
(112).

Bảng 1

Amin $D_{2xy}\text{-NH}_2$	D_{2xy}
$D_{211}\text{-NH}_2$	$D_{211} = $
$D_{212}\text{-NH}_2$	$D_{212} = $
$D_{213}\text{-NH}_2$	$D_{213} = $
$D_{214}\text{-NH}_2$	$D_{214} = $
$D_{215}\text{-NH}_2$	$D_{215} = $
$D_{216}\text{-NH}_2$	$D_{216} = $
$D_{217}\text{-NH}_2$	$D_{217} = $

D₂₁₈-NH₂D₂₁₉-NH₂D₂₂₀-NH₂D₂₂₁-NH₂

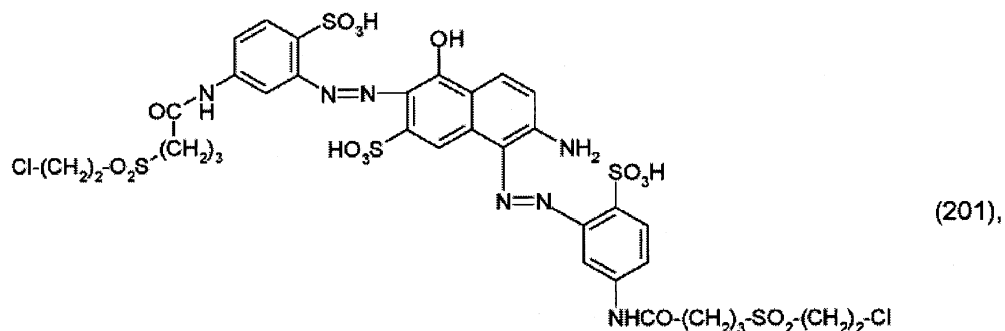
Bảng 2:

Amin $D_{1xy}-NH_2$	D_{1xy}
$D_{111}-NH_2$	$D_{111} = $ 
$D_{112}-NH_2$	$D_{112} = $ 
$D_{113}-NH_2$	$D_{113} = $ 
$D_{114}-NH_2$	$D_{114} = $ 
$D_{115}-NH_2$	$D_{115} = $ 

Bảng 3

Ex	D _{2xy}	D _{1xy}	R ₂	$\lambda_{\max}$ in nm
9	D ₂₁₁	D ₁₁₃	H	500
10	D ₂₁₁	D ₁₁₄	H	488
11	D ₂₁₁	D ₁₁₅	H	476
12	D ₂₁₂	D ₁₁₃	H	504
13	D ₂₁₂	D ₁₁₅	H	480
14	D ₂₁₃	D ₁₁₁	H	516
15	D ₂₁₃	D ₁₁₂	H	500
16	D ₂₁₃	D ₁₁₅	H	485
17	D ₂₁₄	D ₁₁₃	H	502
18	D ₂₁₄	D ₁₁₅	H	479
19	D ₂₁₅	D ₁₁₃	H	501
20	D ₂₁₅	D ₁₁₅	H	478
21	D ₂₁₆	D ₁₁₃	H	510
22	D ₂₁₆	D ₁₁₄	H	499
23	D ₂₁₇	D ₁₁₃	H	514
24	D ₂₁₇	D ₁₁₄	H	502
25	D ₂₁₇	D ₁₁₂	H	507
26	D ₂₁₈	D ₁₁₂	H	491
27	D ₂₁₈	D ₁₁₃	H	499
28	D ₂₁₉	D ₁₁₂	H	497
29	D ₂₁₉	D ₁₁₃	H	505
30	D ₂₁₉	D ₁₁₁	H	513
31	D ₂₂₀	D ₁₁₂	H	497
32	D ₂₂₀	D ₁₁₃	H	505
33	D ₂₂₀	D ₁₁₃	-CH ₃	523
34	D ₂₂₁	D ₁₁₂	-CH ₃	524
35	D ₂₂₁	D ₁₁₂	-CH ₂ -SO ₃ H	507

Nhuộm tận trích: Đưa vải dệt kim bông ở 60°C vào bể nước nhuộm với tỷ lệ chất lỏng 1:10 chứa lượng thuốc nhuộm có công thức (108) được điều chế theo Ví dụ 6, hoặc thuốc nhuộm có công thức



và natri clorua như được nêu trong bảng 4.

Bảng 4: Thành phần của các bể nhuộm 1 đến 6 chứa thuốc nhuộm trong ví dụ 6 hoặc thuốc nhuộm có công thức (201) làm tham chiếu

Bể nhuộm	1	2	3	4	5	6
% thuốc nhuộm	0,5	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0
Natri clorua (g/l)	40	50	60	90	100	100
Natri cacbonat (g/l)	10	12	14	18	18	18

Sau 45 phút ở 60°C thêm natri cacbonat được canxi hóa với lượng nêu trong bảng 4. Việc nhuộm tiếp tục trong 45 phút. Sau đó xối rửa hàng được nhuộm bằng nước, xà phòng và xối rửa lại và sau đó làm khô.

Cường độ của thuốc nhuộm thu được nước nhuộm 1 đến 6 được đo phổ quang học. Bảng 5 nêu các tính chất nâng cao của thuốc nhuộm được điều chế theo Ví dụ 6 và thuốc nhuộm tham chiếu có công thức (201). Thuốc nhuộm theo sáng chế thể hiện các tính chất nâng cao rất tốt.

Bảng 5: Sự phụ thuộc vào cường độ màu chuẩn (Reference Depth RD) của nồng độ thuốc nhuộm

% thuốc nhuộm	0	0,5	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0
RD thuốc nhuộm của ví dụ 6	0	0,65	1,22	2,25	3,80	4,30	4,70
RD thuốc nhuộm tham chuẩn	0	0,49	0,90	1,74	3,00	3,60	3,60

Vải dệt kim bông được tẩy trắng được nhuộm theo phương pháp ở trên với 0,8% thuốc nhuộm có công thức (108) (cường độ màu chuẩn: 0,92) hoặc với 1,8% thuốc nhuộm tham chiếu có công thức (201) (cường độ màu chuẩn: 0,96) được kiểm tra độ bền màu (thử nghiệm phai màu bằng đèn Xenon: 72h chiếu xạ). Xác định sự thay đổi về màu sắc theo Grey Scale. Vải được nhuộm bằng thuốc nhuộm có công thức (108) theo sáng chế được xếp hạng 4-5, trong khi vải được nhuộm với thuốc nhuộm tham chiếu có công thức (201) được đánh giá chỉ 3-4.

Quy trình nhuộm I

100 phần vải bông được cho vào 1500 phần bể nhuộm ở 60°C chứa 45g/l natri clorua và 2 phần thuốc nhuộm hoạt tính thu được theo Ví dụ 6. Sau 45 phút ở 60°C, thêm natri cacbonat khan 20g/l. Tiếp tục nhuộm thêm 45 phút ở nhiệt độ này. Vật được nhuộm sau đó được xối rửa, giặt bằng xà phòng ở nhiệt độ sôi trong ¼ giờ với chất tẩy rửa không ion, xối lại và làm khô.

Ngoài quy trình ở trên, có thể thực hiện nhuộm ở 80°C thay vì ở 60°C.

Quy trình nhuộm II

Hòa tan 0,1 phần thuốc nhuộm theo Ví dụ 6 trong 200 phần nước, và 0,5 phần natri sulfat, 0,1 phần tá dược cân bằng (dựa vào sản phẩm ngưng của amin béo cao và etylen oxyt) và thêm 0,5 phần natri axetat. Sau đó điều chỉnh pH đến giá trị 5,5 sử dụng axit axetic (80%). Gia nhiệt bể nhuộm ở 50°C trong 10 phút và sau đó thêm 10 phần vải len. Sau đó thực hiện gia nhiệt, trong thời gian xấp xỉ 50 phút, đến nhiệt độ 100°C và thực hiện nhuộm ở nhiệt độ này trong 60 phút, sau đó để bể nhuộm hạ nhiệt xuống 90°C và loại bỏ đồ nhuộm. Giặt vải len bằng nước nóng và nước lạnh, sau đó quay và làm khô.

Quy trình in I

Phun 3 phần thuốc nhuộm thu được theo Ví dụ 6, có khuấy nhanh, vào 100 phần chất làm đặc chứa 50 phần 5% chất làm đặc natri alginat,

27,8 phần nước, 20 phần ure, 1 phần natri m-nitrobenzensulfonat và 1,2 phần natri hydro cacbonat. Hỗn hợp in được như vậy để in vải bông, và vật liệu in thu được được làm khô và hấp hơi trong hơi bão hòa trong 2 phút ở 102°C. Vải được in sau đó

được súc rửa, nếu muốn có thể giặt xà phòng ở nhiệt độ sôi và xối rửa lại và sau đó làm khô.

Quy trình in II

(a) Ngâm kiềm vải sa tanh-bông được đệm sử dụng chất lỏng chứa 30g/l natri cacbonat và 50g/l ure (hấp thu nước 70%) và làm khô.

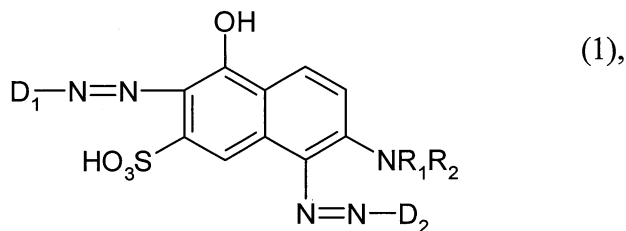
(b) sa tanh bông đã được tiền xử lý theo Bước (a) được in sử dụng mực nước chứa

- 15% theo trọng lượng thuốc nhuộm hoạt tính có công thức (108) theo Ví dụ 6
- 15% theo trọng lượng 1,2-propylen glycol và
- 70% theo trọng lượng nước

sử dụng đầu in phun nhả giọt theo yêu cầu (phun khí). Làm khô hoàn toàn phần in và được cố định trong hơi bão hòa ở 102°C trong 8 phút, xả lạnh, giặt ở nhiệt độ sôi, xả lại và làm khô.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Thuốc nhuộm hoạt tính có công thức

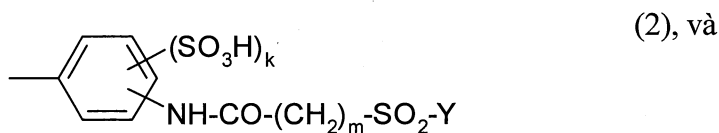


trong đó:

R_1 là hydro,

R_2 là hydro, methyl hoặc gốc có công thức $-\text{CH}_2-\text{SO}_3\text{H}$,

D_1 tương ứng với gốc có công thức



D_2 là gốc có công thức



trong đó:

Y_1 là vinyl hoặc β -sulfatoethyl,

Y là vinyl, β -cloethyl hoặc β -sulfatoethyl,

k là 1 hoặc 2, và

m là 2 hoặc 3.

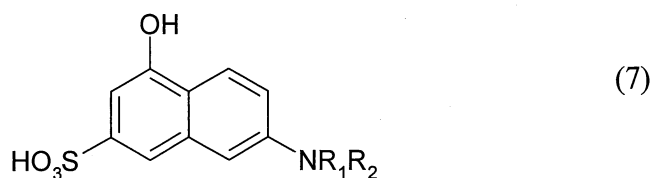
2. Quy trình điều chế thuốc nhuộm có công thức (1) theo điểm 1, trong đó quy trình này bao gồm các bước:

(i) diazo hóa khoảng một đương lượng mol của amin có công thức

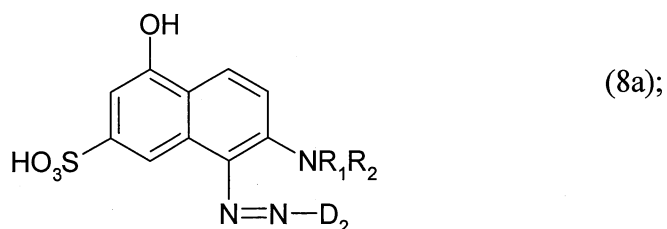


theo cách thông thường và cho phản ứng với khoảng một đương lượng mol của hợp

chất có công thức



để tạo thành hợp chất có công thức



và

(ii) diazo hóa khoảng một đương lượng mol của amin có công thức



theo cách thông thường và phản ứng với khoảng một đương lượng mol của hợp chất có công thức (8a) thu được từ bước (i) để tạo thành hợp chất có công thức (1) theo điểm 1, trong đó mỗi D_1 , D_2 , R_1 và R_2 có định nghĩa và thứ tự ưu tiên như nêu trong điểm 1.

3. Mực nước chứa thuốc nhuộm hoạt tính có công thức (1) theo điểm 1.

4. Quy trình in vật liệu sợi dệt, giấy hoặc phim nhựa theo phương pháp in phun, trong đó quy trình này bao gồm việc sử dụng mực nước theo điểm 3.