



(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)



1-0027107

(51)⁷ C09B 35/205; D06P 1/06; C09D 11/328 (13) B

(21) 1-2016-03082

(22) 24/02/2015

(86) PCT/EP2015/000425 24/02/2015

(87) WO2015/128081 03/09/2015

(30) 14000669.3 25/02/2014 EP

(45) 25/01/2021 394

(43) 26/12/2016 345A

(73) ARCHROMA IP GMBH (CH)

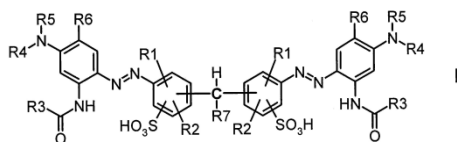
Neuhofstrasse 11, CH-4153 Reinach, Switzerland

(72) NUSSER, Rainer (DE); GISLER, Markus (CH).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) THUỐC NHUỘM MONOAZO ANION DẠNG DIME, QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ THUỐC NHUỘM NÀY VÀ QUY TRÌNH NHUỘM VÀ IN LÊN NỀN HỮU CƠ SỬ DỤNG THUỐC NHUỘM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất có công thức chung (I) làm thuốc nhuộm monoazo anion dạng dime, quy trình điều chế thuốc nhuộm này và quy trình nhuộm và in lên nền hữu cơ sử dụng thuốc nhuộm này.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các thuốc nhuộm monoazo anion dạng dime mới, quy trình sản xuất chúng và sử dụng chúng để nhuộm và/hoặc in lên nền hữu cơ.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thuốc nhuộm monoazo dạng dime và thuốc nhuộm với các thành phần tạo cầu nối là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật. Các thuốc nhuộm, các quy trình sản xuất chúng và sử dụng chúng để nhuộm và/hoặc in các chất nền hữu cơ như vậy được bộc lộ trong, ví dụ, WO 2007/131957, WO 2010/010032 và WO 2010/028799.

Tuy nhiên, vẫn có nhu cầu tìm ra các thuốc nhuộm monoazo dạng dime có các đặc tính được cải thiện như mức độ nhuộm (tức là tính đồng nhất của màu sắc trong chất nền được nhuộm), tính bền màu (tính bền màu với ánh sáng và ẩm/giặt rửa, tức là khả năng chống lại sự nhạt và trôi màu khi tiếp xúc với ánh sáng và ẩm), và đặc tính tích tụ.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

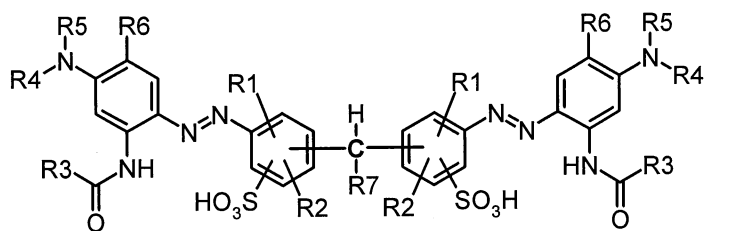
Mục đích của sáng chế là đề xuất thuốc nhuộm monoazo anion dạng dime được cải thiện với các đặc tính nhuộm và in được cải thiện, như mức độ, tính bền màu với ánh sáng và ẩm/giặt rửa và đặc tính tích tụ và rất thích hợp để nhuộm hoặc in các chất nền hữu cơ có nguồn gốc tự nhiên và tổng hợp, như giấy hoặc các polyamit tự nhiên và tổng hợp và vải len, và có thể áp dụng kết hợp với các thuốc nhuộm cùng nhóm khác. Phạm vi của sáng chế được hiểu là với các thuốc nhuộm của sáng chế, ít nhất một yếu tố đặc trưng quan trọng để việc

nhuộm và in được cải thiện so với các thuốc nhuộm theo giải pháp kỹ thuật đã biết. Các phương án nhất định trong sáng chế được cải thiện liên quan đến một vài trong số các đặc tính đặc trưng này, cụ thể là đặc tính tích tụ, tính bền màu với ẩm/với việc giặt rửa và/hoặc bền màu với ánh sáng. Sự cải thiện của các thuốc nhuộm của sáng chế là, cụ thể, đạt được trong các quy trình nhuộm và in, như in phun mực trên giấy và/hoặc các polyamit tự nhiên và tổng hợp.

Các mục đích này và các mục đích khác đạt được bởi hợp chất có công thức (I) theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất hợp chất có công thức chung (I):



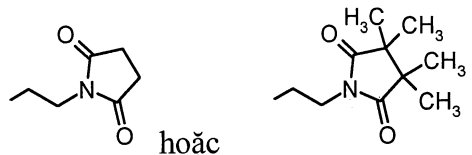
trong đó

R1 là hydro, C₁₋₁₂ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₁₂ alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, aryl được thế hoặc không được thế hoặc halogen,

R2 là hydro, C₁₋₁₂ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế,

R3 là C₁₋₁₂ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₁₂ alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, aryl hoặc NR₈R₉ được thế hoặc không được thế,

R4, R5 là C₁₋₁₂ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₁₂ alkenyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₁₂ alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, aryl được thế hoặc không được thế,



R6 là hydro, C₁₋₁₂ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₁₂ alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế,

R7 là hydro, C₁₋₁₂ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế,

R8, R9 độc lập là hydro hoặc được xác định như R4 và R5.

Theo phương án khác, các nhóm -SO₃H trong các hợp chất tham chiếu có công thức (I) nêu trên là ở vị trí *ortho* đối với các nhóm azo.

Theo phương án khác, các nhóm -SO₃H trong các hợp chất tham chiếu có công thức (I) nêu trên là ở vị trí *ortho* đối với các nhóm azo, và các nhóm -SO₃H là ở vị trí *para* đối với R₁.

Theo phương án khác, các nhóm -SO₃H trong các hợp chất tham chiếu có công thức (I) nêu trên là ở vị trí *ortho* đối với các nhóm azo, và nhóm CHR₇ là ở vị trí *para* đối với các nhóm azo.

Theo phương án khác, các nhóm -SO₃H trong các hợp chất tham chiếu có công thức (I) nêu trên là ở vị trí *ortho* đối với các nhóm azo, và các nhóm -SO₃H là ở vị trí *para* đối với R₁, và nhóm CHR₇ là ở vị trí *para* đối với các nhóm azo.

Các phương án cụ thể của hợp chất có công thức (I) theo sáng chế được mô tả chi tiết hơn dưới đây.

Các nhóm alkyl được thế hoặc không được thế, các nhóm alkenyl được thế hoặc không được thế và các nhóm alkoxy được thế hoặc không được thế là mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

Theo một phương án, các phần tử thế là các nhóm alkyl, alkenyl, alkoxy và aryl được thế, mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được lựa chọn từ nhóm bao gồm halogen, -OH, -COOH, -CN, aryl, aryloxy, -O(C₁₋₄ alkyl), -O(C₁₋₄ alkoxy), -CO-O-C₁₋₄ alkyl, -O-CO-C₁₋₄ alkyl, -O-CO-aryl, -CO-(O-CH₂-CH₂)_n-O-C₁₋₄ alkyl, trong đó n là từ 1 đến 10, C₁₋₄ alkenyl, C₁₋₄ alkynyl, -NR_xR_y, trong đó R_x và R_y độc lập là hydro hoặc C₁₋₄ alkyl.

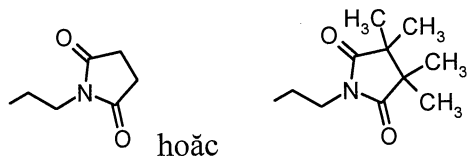
Theo một phương án,

R1 là hydro, C₁₋₆ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₆ alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế hoặc halogen,

R2 là hydro hoặc C₁₋₁₂ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế,

R3 là C₁₋₁₂ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₁₂ alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, aryl được thế hoặc không được thế hoặc NH₂,

R4, R5 là C₁₋₁₂ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₁₂ alkenyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₁₂ alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, aryl được thế hoặc không được thế,



R6 là hydro, C₁₋₆ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₆ alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế,

R7 là hydro, C₁₋₆ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế.

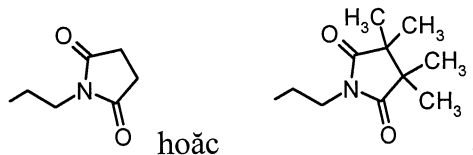
Theo phương án khác,

R1 là hydro, -CH₃, -Cl hoặc -OCH₃,

R2 là hydro hoặc -CH₃,

R3 là -CH₃, -CH₂CH₃, -CH₂CH₂CH₃, -C₆H₅, -C₆H₄CH₃,
-CH₂CH₂Cl, -CH₂OCH₃, -CH₂OCH₂CH₃, -CH₂OH, -CH₂OC₆H₅, -OCH₃,
-OCH₂CH₃, -OCH₂CH₂CH₃, -OCH₂CH₂OCH₂CH₃,
-OCH₂CH₂CH₂CH₂CH₃, -OCH₂CH(CH₂CH₃)CH₂CH₂CH₂CH₃,
OC₁₀H₂₁, -OC₁₂H₂₅ hoặc NH₂,

R4, R5 là -CH₃, -CH₂CH₃, -CH₂C₆H₅, -CH₂CH₂CH₃,
-CH₂CH₂CH₂CH₃, -CH₂CH₂CH₂CH₂CH₃, -CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₃,
CH₂CH₂OH, -CH₂CH(OH)CH₂CH₃, -CH₂CH=CH₂, -CH₂CH₂C≡N,
-CH₂CH₂COOCH₂CH₂OCH₃, -CH₂CH₂COOCH₃,
-CH₂CH₂OCH₂CH₂OCH₃, -CH₂CH₂OCOCH₂CH₃, -CH₂CH₂OCOC₆H₅,
-CH₂CH₂OCOCH₃, -CH₂COOCH₃, -CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₃,



R6 là hydro, -CH₃, -CH₂CH₃, -CH₂CH₂OH, -OCH₃, -OCH₂CH₃
hoặc -OCH₂C₆H₅,

R7 là hydro, -CH₃ hoặc -CH₂CH₃.

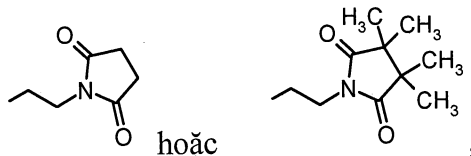
Theo phương án khác,

R1 là hydro, -CH₃, -Cl hoặc -OCH₃,

R2 là hydro hoặc -CH₃,

R3 là -CH₃, -CH₂CH₃, -CH₂CH₂CH₃, -C₆H₅, -C₆H₄CH₃,
-CH₂CH₂Cl, -CH₂OCH₃, -CH₂OCH₂CH₃, -CH₂OH, -CH₂OC₆H₅, -OCH₃,
-OCH₂CH₃, -OCH₂CH₂CH₃, -OCH₂CH₂OCH₂CH₃,
-OCH₂CH₂CH₂CH₂CH₃, -OCH₂CH(CH₂CH₃)CH₂CH₂CH₂CH₃, -OC₁₀H₂₁,
-OC₁₂H₂₅ hoặc NH₂,

R4, R5 là -CH₃, -CH₂CH₃, -CH₂C₆H₅, -CH₂CH₂CH₃,
 -CH₂CH₂CH₂CH₃, -CH₂CH₂CH₂CH₂CH₃, -CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₃,
 CH₂CH₂OH, -CH₂CH(OH)CH₂CH₃, -CH₂CH=CH₂, -CH₂CH₂C≡N,
 -CH₂CH₂COOCH₂CH₂OCH₃, -CH₂CH₂COOCH₃,
 -CH₂CH₂OCH₂CH₂OCH₃, -CH₂CH₂OCOCH₂CH₃, -CH₂CH₂OCOC₆H₅,
 -CH₂CH₂OCOCH₃, -CH₂COOCH₃, -CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₃,



R6 là hydro, -CH₃, -CH₂CH₃, -CH₂CH₂OH, -OCH₃, -OCH₂CH₃
 hoặc -OCH₂C₆H₅,

R7 là hydro.

Theo phương án khác,

R1 là hydro, -CH₃, -Cl hoặc -OCH₃,

R2 là hydro,

R3 là C₁₋₃ alkyl hoặc -NH₂,

R4, R5 là C₂₋₆ alkyl hoặc benzyl mạch thẳng được thế hoặc không được thế,

R6 là hydro, -CH₃, -CH₂CH₃, -CH₂CH₂OH, -OCH₃, -OCH₂CH₃
 hoặc -OCH₂C₆H₅,

R7 là hydro.

Theo phương án khác,

R1 là hydro, -CH₃ hoặc -Cl,

R2 là hydro,

R3 là -CH₃, -CH₂CH₃ hoặc -NH₂,

R4, R5 là C₂₋₆ alkyl hoặc benzyl mạch thẳng được thế hoặc không được thế,

R6, R7 là hydro.

Theo phương án khác,

R1, R2 là hydro,

R3, là -CH₃,

R4, R5 là C₂₋₆ alkyl hoặc benzyl mạch thẳng được thế hoặc không được thế,

R6, R7 là hydro.

Theo phương án khác,

R1, R2 là hydro,

R3, là -CH₃,

R4, R5 là -CH₂CH₃,

R6, R7 là hydro.

Trong các phương án tham chiếu nêu trên của các hợp chất theo khía cạnh thứ nhất của sáng chế, các cấu trúc hóa lập thể sau đây là các phương án cụ thể trong các phương án này:

Theo phương án khác, các nhóm -SO₃H trong các hợp chất tham chiếu có công thức (I) nêu trên là ở vị trí *ortho* đối với các nhóm azo.

Theo phương án khác, các nhóm -SO₃H trong các hợp chất tham chiếu có công thức (I) nêu trên là ở vị trí *ortho* đối với các nhóm azo, và các nhóm -SO₃H là ở vị trí *para* đối với R₁.

Theo phương án khác, các nhóm -SO₃H trong các hợp chất tham chiếu có công thức (I) nêu trên là ở vị trí *ortho* đối với các nhóm azo, và nhóm CHR₇ là ở vị trí *para* đối với các nhóm azo.

Theo phương án khác, các nhóm -SO₃H trong các hợp chất tham chiếu có công thức (I) nêu trên là ở vị trí *ortho* đối với các nhóm azo, và các nhóm -SO₃H là ở vị trí *para* đối với R₁, và nhóm CHR₇ là ở vị trí *para* đối với các nhóm azo.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “hợp chất” bao gồm bất kì hợp chất đơn hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều hợp chất có công thức (I) như được xác định trong bản mô tả này. Do đó, thuật ngữ “hợp chất” cũng bao gồm hỗn hợp của hai hoặc nhiều hợp chất có công thức (I) mà khác về cấu trúc hóa học và/hoặc về cấu trúc lập thể của chúng.

Thuật ngữ “các chất đồng phân” như được sử dụng trong bản mô tả này đề cập đến các hợp chất có công thức (I) theo sáng chế được thể ở vị trí meta, ortho và/hoặc para khác nhau. Do đó, hỗn hợp của các chất đồng phân bao gồm hoặc chỉ bao gồm hai hoặc nhiều hợp chất có công thức (I) mà giống nhau về cấu trúc hóa học của chúng nhưng khác về cấu trúc hóa học lập thể của chúng. Cụ thể, thuật ngữ “các chất đồng phân” bao gồm các phương án của hợp chất có công thức (I) tương ứng có cùng cấu trúc hóa học, và trong đó các nhóm $-SO_3H$ là ở vị trí ortho, para hoặc meta so với các nhóm azo, và trong đó nhóm CHR₇- ở vị trí para, ortho hoặc meta so với các nhóm azo tương ứng.

Các chất đồng phân có thể được phân tách với nhau bằng các phương pháp phân tách truyền thống như kết tinh.

Theo một phương án, hợp chất có công thức (I) theo sáng chế có thể thu được ở dạng hợp chất đơn.

Theo phương án khác, hợp chất có công thức (I) theo sáng chế có thể thu được ở dạng hỗn hợp bao gồm hoặc chỉ bao gồm hai hoặc nhiều chất đồng phân.

Theo một phương án, hỗn hợp này bao gồm hoặc chỉ bao gồm hai hoặc nhiều chất đồng phân, trong đó chất đồng phân có các nhóm $-SO_3H$ ở vị trí *ortho* so với các nhóm azo là chất đồng phân chiếm ưu thế.

Theo một phương án, hỗn hợp này bao gồm hoặc chỉ bao gồm hai hoặc nhiều chất đồng phân, trong đó chất đồng phân có các nhóm $-SO_3H$ ở vị trí *ortho*

so với các nhóm azo, và các nhóm $-SO_3H$ ở vị trí *para* so với R_1 là chất đồng phân chiếm ưu thế.

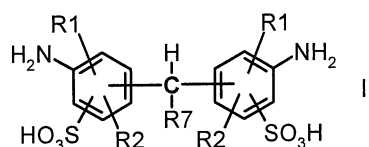
Theo phương án khác, hỗn hợp này bao gồm hoặc chỉ bao gồm hai hoặc nhiều các chất đồng phân, trong đó chất đồng phân có các nhóm $-SO_3H$ ở vị trí *ortho* đối với các nhóm azo, và nhóm CHR_7 ở vị trí *para* đối với các nhóm azo là chất đồng phân chiếm ưu thế.

Theo phương án khác, hỗn hợp đã nêu bao gồm hoặc chỉ bao gồm hai hoặc nhiều các chất đồng phân, trong đó chất đồng phân có cấu hình sau đây là chất đồng phân chiếm ưu thế là trong hỗn hợp:

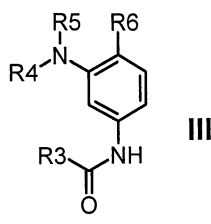
các nhóm $-SO_3H$ ở vị trí *ortho* đối với các nhóm azo,
nhóm CHR_7 ở vị trí *para* đối với các nhóm azo, và
các nhóm $-SO_3H$ là ở vị trí *para* đối với R_1 .

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề cập đến quy trình điều chế hợp chất có công thức (I) theo sáng chế.

Hợp chất có công thức (I) theo sáng chế có thể được điều chế theo các điều kiện thông thường. Trong các quy trình này, cả hai nhóm chức amin của hợp chất có công thức (II)



được diazo hóa và được ghép mạch theo cách thông thường lên hai đương lượng của hợp chất có công thức (III)



trong đó mỗi phần tử thế là được xác định như nêu trên. Các thành phần ghép mạch của công thức (III) hầu hết là các chất trung gian tiêu chuẩn trong tổng hợp các thuốc nhuộm phân tán và có thể được sản xuất trong các điều kiện thông thường.

Phụ thuộc vào các điều kiện phản ứng và/hoặc điều kiện tách, hợp chất có công thức (I) theo sáng chế có thể thu được là axit tự do, là muối hoặc hỗn hợp muối chứa, ví dụ, một hoặc nhiều cation được lựa chọn từ ion kim loại kiềm, ví dụ, ion natri, hoặc ion amoni hoặc cation alkyl amoni, ví dụ các cation mono-, di- hoặc trimetyl- hoặc -etyl amoni. Hợp chất có công thức (I) theo sáng chế có thể được chuyển hóa bằng các kỹ thuật thông thường từ axit tự do thành muối hoặc thành hỗn hợp muối hoặc ngược lại hoặc từ một dạng muối này thành dạng khác. Nếu muốn, hợp chất có công thức (I) theo sáng chế có thể được tinh sạch thêm bằng cách lọc thẩm tách để tách các muối không mong muốn và các sản phẩm phụ tổng hợp từ thuốc nhuộm anion thô.

Sự loại bỏ các muối không mong muốn và các sản phẩm phụ tổng hợp và sự loại bỏ một phần của nước từ dung dịch thuốc nhuộm thô được thực hiện bằng các biện pháp màng bán thấm bằng cách áp dụng áp suất trong đó thuốc nhuộm thu được không có các muối không mong muốn và các sản phẩm phụ như dung dịch và, nếu cần, là thể rắn trong phương pháp thông thường.

Theo một phương án, dung dịch thuốc nhuộm chứa hỗn hợp chất đồng phân của hợp chất có công thức (I) theo sáng chế.

Trong khía cạnh thứ ba, sáng chế đề cập đến quy trình để nhuộm và/hoặc in lên nền hữu cơ với hợp chất có công thức (I) theo sáng chế.

Cụ thể, sáng chế đề cập đến quy trình để nhuộm và/hoặc in lên nền hữu cơ bao gồm bước cho ít nhất một hợp chất có công thức (I) theo sáng chế tiếp xúc với nền hữu cơ này.

Thuật ngữ “*nhuộm*” như được sử dụng trong bản mô tả này bao gồm tất cả các quy trình thêm chất màu vào nền hữu cơ. Việc nhuộm thường được thực hiện trong bể nhuộm chứa một hoặc nhiều thuốc nhuộm, hoặc chế phẩm nhuộm.

Thuật ngữ “*in*” như được sử dụng trong bản mô tả này là được hiểu là quy trình để tái hiện chữ viết hoặc hình ảnh trên nền hữu cơ. Quy trình in có thể là quy trình in phun mực, đây là kỹ thuật in không tác động trong đó các giọt nhỏ mực được phun ra thông qua vòi mịn lên nền mà không cần cho vòi tiếp xúc với nền.

Thuật ngữ “*nền hữu cơ*” như được sử dụng trong bản mô tả này bao gồm tất cả các nền hữu cơ có nguồn gốc tự nhiên hoặc tổng hợp. Thuật ngữ “*hữu cơ*” được sử dụng trong đơn sáng chế này với nghĩa rộng nhất của nó và đề cập đến nền bất kỳ trên cơ sở vật liệu chứa cacbon. Nền có thể có mặt ở dạng sợi bao gồm hoặc chỉ bao gồm các polyamit tự nhiên hoặc tổng hợp (ví dụ len, lụa, và tất cả các loại nylon), các polyuretan hoặc xenluloza (ví dụ như giấy).

Các ví dụ khác về dạng/hình thức của nền là sợi, vải dệt, thảm vải đan dạng vòng bao gồm hoặc chỉ bao gồm chất nền hữu cơ, ví dụ các polyamit tự nhiên hoặc tổng hợp (ví dụ len, lụa và các dạng nylon), các polyuretan, hoặc xenluloza.

Việc nhuộm định hình là thậm chí có thể thấm trên các nền mềm mỏng, ví dụ là len lông cừu, len casomia, len lông alpaca và vải sợi từ lông dê Angora.

Hợp chất có công thức (I) theo sáng chế đặc biệt hữu dụng để nhuộm sợi có đonile nhỏ hoặc sợi cỡ micro.

Hợp chất có công thức (I) theo sáng chế và các muối của nó là đặc biệt thích hợp để nhuộm hoặc in vật liệu dạng sợi bao gồm hoặc chỉ bao gồm polyamit tự nhiên hoặc tổng hợp có màu vàng đến vàng cam. Hợp chất có công thức (I) theo sáng chế và các muối của nó thích hợp để sản xuất mực in máy in phun và sử dụng các loại mực in máy in phun này để in lên các chất nền hữu cơ, ví dụ như vật liệu dạng sợi mà bao gồm hoặc chỉ bao gồm các polyamit tự nhiên hoặc tổng hợp hoặc xenluloxa, ví dụ như giấy.

Việc nhuộm được thực hiện dựa trên các quy trình đã biết, xem, ví dụ các quy trình nhuộm được mô tả trong Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 4th Edition, 1982, Volume 22, pages 658-673 hoặc trong sách của M. Peter và H. K. Rouette, Grundlagen der Textilveredlung, 13th Edition, 1989, pages 535-556 and 566-574. Ưu tiên là nhuộm theo quy trình xả ở nhiệt độ trong khoảng từ 30 đến 140°C, ví dụ ở nhiệt độ trong khoảng từ 80 đến 120°C hoặc ở nhiệt độ trong khoảng từ 80 đến 100°C, và ở tỷ lệ chất lỏng trong khoảng từ 3:1 đến 40:1.

Thuật ngữ “quy trình nhuộm xả” như được sử dụng trong bản mô tả này được hiểu là quy trình trong đó thuốc nhuộm dần dần được truyền từ bể nhuộm có thể tích tương đối lớn đến nền hữu cơ được nhuộm trong khoảng thời gian tương đối dài (xem A Review of Textile Dyeing Processes, Perkins W. S, 1991. Textile Chemist & Colorist vol. 23(8) 23-27).

Thuật ngữ “*quy trình nhuộm liên tục*” như được sử dụng trong bản mô tả này được hiểu là quy trình trong đó nền được nhuộm được cấp một cách liên tục đến miền thuốc nhuộm. Các ví dụ về quy trình nhuộm liên tục là quy trình nhuộm ngấm ép-hấp (pad-steam) hoặc quy trình nhuộm ngấm ép-làm khô (pad-dry).

Hợp chất có công thức (I) theo sáng chế, khi được áp dụng lên nền hữu cơ, ví dụ như, các polyamit và polyuretan tự nhiên hoặc tổng hợp thể hiện tính bền màu với ánh sáng và ẩm/giặt rửa tốt và không có đặc tính đổi màu theo ánh sáng.

Ngoài ra, hợp chất có công thức (I) theo sáng chế thể hiện đặc tính tích tụ cao trên nền hữu cơ, ví dụ, khi có mặt ở dạng sợi.

Hợp chất có công thức (I) theo sáng chế và muối của nó có tính tương thích cao với các thuốc nhuộm axit đã biết. Do đó, hợp chất có công thức (I), hoặc các muối của nó có thể được sử dụng một mình trong quy trình nhuộm hoặc nếu không thì là thành phần trong chế phẩm nhuộm màu kết hợp cùng với các thuốc nhuộm axit khác thuộc cùng nhóm, đó là với các thuốc nhuộm axit có các đặc tính nhuộm có thể so sánh được, ví dụ như các đặc tính bền màu và tốc độ xả từ bề nhuộm lên trên nền.

Tỷ lệ trong đó hợp chất có công thức (I) theo sáng chế có mặt trong chế phẩm nhuộm màu kết hợp được xác định bởi màu cần đạt được.

Hợp chất có công thức (I) theo sáng chế, như nêu trên, rất hữu dụng để nhuộm và/hoặc in lên các polyamit tự nhiên và tổng hợp, ví dụ len, lụa, tất cả các loại nylon, và xenluloza (ví dụ như giấy), trên mỗi vật liệu này, thu được các thuốc nhuộm và in có độ bền màu cao, đặc biệt là độ bền màu với ánh sáng tốt và độ bền màu với ẩm/giặt rửa tốt (giặt rửa, mồ hôi kiềm). Hợp chất có công thức (I) theo sáng chế và các muối của nó có tốc độ xả cao. Tương tự, khả năng tích tụ của hợp chất có công thức (I) theo sáng chế và các muối của nó cũng rất tốt. Các thuốc nhuộm trên tông màu trên các nền xác định là có chất lượng đáng chú ý. Hơn nữa, tất cả các thuốc nhuộm và in còn có màu sắc không đổi dưới ánh sáng nhân tạo. Ngoài ra, độ bền màu của hợp chất có công thức (I) theo sáng chế đối với sự gạn lắng và đun sôi là tốt.

Một ưu điểm quyết định của hợp chất có công thức (I) theo sáng chế là không có kim loại và cung cấp sự nhuộm và in ở mức rất cao.

Hợp chất có công thức (I) theo sáng chế có thể được sử dụng một mình hoặc nếu không thì, nhờ đặc tính tương thích tốt của nó, được sử dụng như là thành phần kết hợp với các thuốc nhuộm khác thuộc cùng nhóm có các đặc tính in và nhuộm có thể so sánh được, ví dụ về độ bền màu chung, mức xả, v.v.. Việc nhuộm màu kết hợp thu được có tính bền màu tương tự so với việc nhuộm với thuốc nhuộm đơn.

Ví dụ, hợp chất có công thức (I) theo sáng chế cụ thể là thích hợp để áp dụng làm các chi tiết màu cam vàng cùng với các thuốc nhuộm màu đỏ được mô tả trong, ví dụ, WO 2007/115960 A1, và cùng với các thuốc nhuộm màu xanh dương/đen được mô tả trong, ví dụ, WO 2013/056838 A1, trong nhuộm và in ba màu không có các kim loại nặng và có độ bền màu với ánh sáng và âm/giặt rửa.

Đối với tất cả các mục đích nêu trên, hợp chất có công thức (I) theo sáng chế, trong đó R1 và R2 là hydro, R3 là $-\text{CH}_3$, R4 và R5 là $-\text{CH}_2\text{CH}_3$ và R6 và R7 là hydro, và trong đó các nhóm $-\text{SO}_3\text{H}$ là ở vị trí ortho đối với các nhóm azo và ở vị trí para đối với R1, và trong đó nhóm CHR_7- là ở vị trí para đối với các nhóm azo là đặc biệt rất thích hợp.

Rõ ràng từ phần bộc lộ nêu trên, các hợp chất được bộc lộ trong bản mô tả này có thể được sử dụng để sản xuất mực in hoặc dung dịch nhuộm.

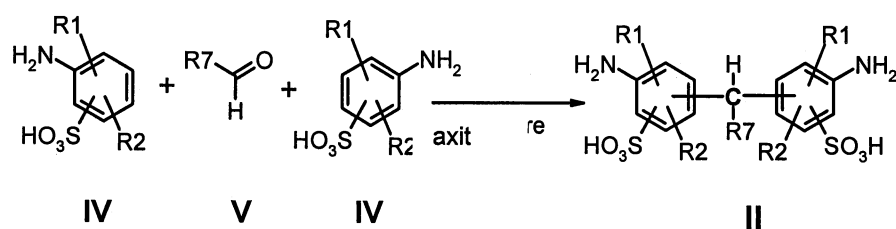
Do đó, sáng chế đề cập đến mực in hoặc dung dịch nhuộm bao gồm ít nhất một hợp chất được bộc lộ trong bản mô tả này.

Theo khía cạnh thứ tư, sáng chế đề cập đến nền hữu cơ, thu được bởi quy trình nhuộm và/hoặc in lên nền hữu cơ bao gồm bước cho tiếp xúc ít nhất một

hợp chất có công thức (I) theo sáng chế tiếp xúc với nền hữu cơ này, mà có thể, ví dụ, là vật liệu dạng sợi có đonê nhỏ, hoặc sợi cỡ micro.

Theo khía cạnh thứ năm, sáng chế đề cập đến các diamin có công thức (II) được sử dụng để điều chế hợp chất có công thức (I) theo sáng chế.

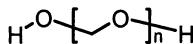
Diamin có công thức (II) có thể được điều chế từ hai đương lượng của hợp chất có công thức (IV) và một đương lượng của aldehyt có công thức (V) trong các điều kiện thông thường:



Nếu R7 là hydro, thay vì formaldehyt (số đăng kí CAS: [50-00-0]) nguồn formaldehyt khác có thể được sử dụng trong phản ứng ngưng tụ, ví dụ paraformaldehyt (số đăng kí CAS: [30525-89-4]), 1,3,5-trioxan (số đăng kí CAS: [100-88-3]) hoặc hexametylentetramin (urotropine) (số đăng kí CAS: [100-97-0]).



[50-00-0]



[30525-89-4]



[110-88-3]



[100-97-0]

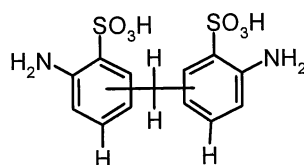
Hợp chất có công thức (II), trong đó R7 là hydro và các nhóm -SO₃H là ở vị trí ortho đối với nhóm NH₂- là đã được biết từ WO 2010/010032.

Ví dụ thực hiện sáng chế

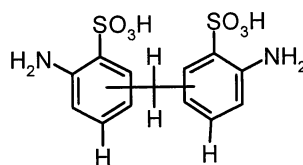
Trong các ví dụ sau đây, các phần và phần trăm được chỉ ra là theo khối lượng và nhiệt độ được chỉ ra là °C.

Ví dụ 1a

38 phần axit 2-aminobenzenesulfonic (số đăng kí CAS.: [88-21-1]) được tạo huyền phù trong 145 phần nước và được trộn với 63 phần axit clohydric đậm đặc. Sau đó 9 phần dung dịch formaldehyt (số đăng kí CAS.: [50-00-0]) được thêm vào từng giọt. Hỗn hợp thu được được đun nóng đến 95°C và được khuấy trong 5 giờ ở 95°C. Sau khi lọc và làm khô, thu được 32 phần hỗn hợp các chất đồng phân có công thức sau:

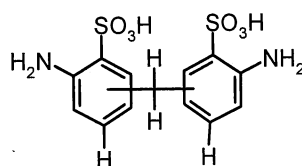
**Ví dụ 1b**

38 phần axit 2-aminobenzenesulfonic (số đăng kí CAS.: [88-21-1]) được tạo huyền phù trong 240 phần nước và được trộn với 69 phần axit clohydric đậm đặc. Sau đó 3,5 phần s-trioxan (số đăng kí CAS.: [110-88-3]) được thêm vào. Hỗn hợp thu được được đun nóng đến 85°C và được khuấy trong 2 giờ ở 85°C. Sau khi lọc và làm khô, thu được 32 phần hỗn hợp các chất đồng phân có công thức sau:



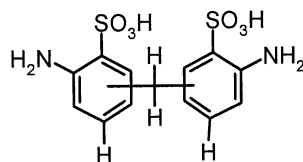
Ví dụ 1c

35 phần axit 2-aminobenzenesulfonic (số đăng kí CAS.: [88-21-1]) được tạo huyền phù trong 210 phần nước và được trộn với 59 phần axit clohydric đậm đặc. Sau đó, 3,1 phần paraformaldehyt (số đăng kí CAS: [30525-89-4]) được thêm vào. Hỗn hợp thu được được đun nóng đến 90°C và được khuấy trong 15 giờ ở 90°C. Sau khi lọc và làm khô, thu được 32 phần hỗn hợp các chất đồng phân có công thức sau:



Ví dụ 1d

39 phần axit 2-aminobenzenesulfonic (số đăng kí CAS.: [88-21-1]) được tạo huyền phù trong 210 phần nước và được trộn với 59 phần axit clohydric đậm đặc. Sau đó, 2,5 phần hexametylenetetramin (urotropine) (số đăng kí CAS: [100-97-0]) được thêm vào. Hỗn hợp thu được được đun nóng đến 75°C và được khuấy trong 20 giờ ở 75°C. Sau khi lọc và làm khô, thu được 32 phần hỗn hợp các chất đồng phân có công thức sau:

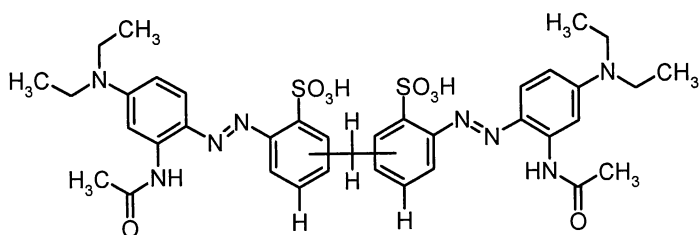


Ví dụ 1e

Sản phẩm tạo ra ở các ví dụ 1a, 1b, 1c hoặc 1d được tạo huyền phù trong 450 phần nước và được trộn với 27 phần axit clohydric đậm đặc. Sau đó thêm

150 phần đá, huyền phù màu hơi vàng được tạo thành. Việc diazo hoá được tiến hành bằng cách thêm 37 phần dung dịch natri nitrit 40% trong một giờ.

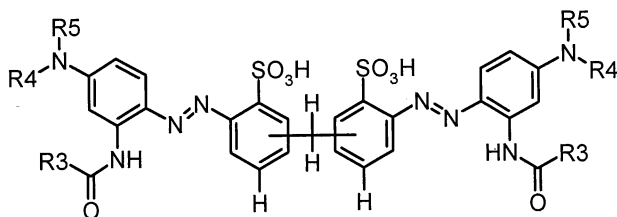
36,5 phần 3-(diethylamino)axetanilit (số đăng kí CAS.: [6375-46-8]) được hòa tan trong 360 phần nước ở pH 4 và được làm mát đến 10°C trong bể đá. Huyền phù diazo thu được được tạo ra nêu trên được thêm từng giọt trong một giờ, trong khi pH được duy trì ở 4 bằng cách thêm từng giọt dung dịch soda 15%. Huyền phù được khuấy trong 18 giờ và sau đó được lọc. Sau khi làm khô 53 phần, thu được hợp chất có công thức sau, hợp chất này có độ hấp thụ tối đa ($\lambda_{\max}$) ở 472 nm và nhuộm màu vàng kim polyamit:



Trong ví dụ này, sản phẩm thu được là hỗn hợp của các chất đồng phân khác nhau có công thức được minh họa nêu trên, chất đồng phân, trong đó nhóm CH_2 -, là nhóm liên kết với hai hợp chất azo, là ở vị trí para so với các nhóm azo đã nêu là chất chủ đạo.

Các ví dụ từ 2 đến 11

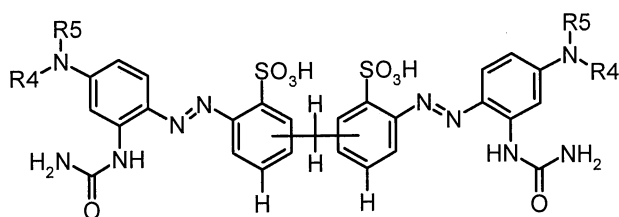
Sử dụng anilit của axit 3-dialkylamino carboxylic làm thành phần kết hợp ngoài 3-(diethylamino)axetanilit được sử dụng trong ví dụ 1e thu được các thuốc nhuộm từ vàng kim đến cam vàng sau đây:



Ví dụ	R3	R4	R5	$\lambda_{\max}$ [nm]
2	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	473
3	-CH ₃	-C ₂ H ₅	-CH ₂ C ₆ H ₅	477
4	-C ₂ H ₅	-C ₃ H ₇	-C ₃ H ₇	475
5	-CH ₃	-CH ₂ C ₆ H ₅	-CH ₂ C ₆ H ₅	480
6	-CH ₃	-C ₄ H ₉	-C ₄ H ₉	478
7	-CH ₃	-C ₆ H ₁₃	-C ₆ H ₁₃	478
8	-CHOCH ₃	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	476
9	-CH ₂ OC ₆ H ₅	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	477
10	-CH ₃	-C ₂ H ₄ OH	-C ₂ H ₄ OH	480
11	-CH ₃	-C ₂ H ₄ OH	-C ₂ H ₄ CN	482

Các ví dụ từ 12 đến 14

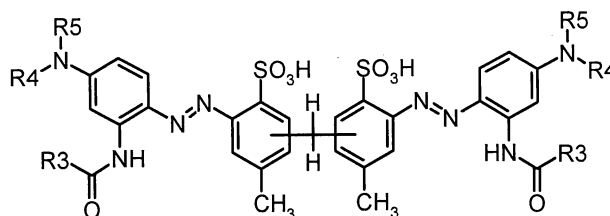
Sử dụng 3-(dialkylamino)phenylure làm thành phần kết hợp thay vì 3-(diethylamino)axetanilit được sử dụng trong ví dụ 1e thu được các thuốc nhuộm từ vàng kim đến cam vàng sau đây:



Ví dụ	R4	R5	$\lambda_{\max}$ [nm]
12	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	482
13	-C ₂ H ₅	-CH ₂ C ₆ H ₅	484
14	-CH ₂ C ₆ H ₅	-CH ₂ C ₆ H ₅	487

Các ví dụ từ 15-25

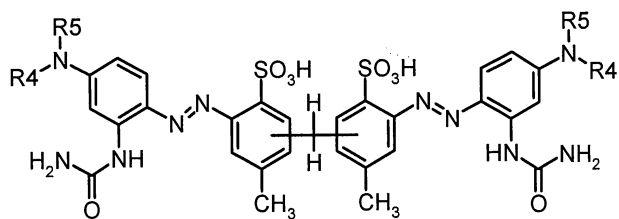
Sử dụng axit 2-amino-4-metylbenzensulfonic thay vì axit 2-aminobenzenesulfonic để tạo ra hợp chất diazo theo các ví dụ từ 1a đến 1d và sử dụng các anilit của axit 3-dialkylamino carboxylic khác nhau làm thành phần kết hợp thu được các thuốc nhuộm từ vàng kim đến cam vàng sau đây:



Ví dụ	R3	R4	R5	$\lambda_{\max}$ [nm]
15	-CH ₃	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	480
16	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	478
17	-CH ₃	-C ₂ H ₅	-CH ₂ C ₆ H ₅	481
18	-C ₂ H ₅	-C ₃ H ₇	-C ₃ H ₇	479
19	-CH ₃	-CH ₂ C ₆ H ₅	-CH ₂ C ₆ H ₅	484
20	-CH ₃	-C ₄ H ₉	-C ₄ H ₉	483
21	-CH ₃	-C ₆ H ₁₃	-C ₆ H ₁₃	480
22	-CHOCH ₃	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	482
23	-CH ₂ OC ₆ H ₅	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	483
24	-CH ₃	-C ₂ H ₄ OH	-C ₂ H ₄ OH	481
25	-CH ₃	-C ₂ H ₄ OH	-C ₂ H ₄ CN	483

Các ví dụ từ 26-28

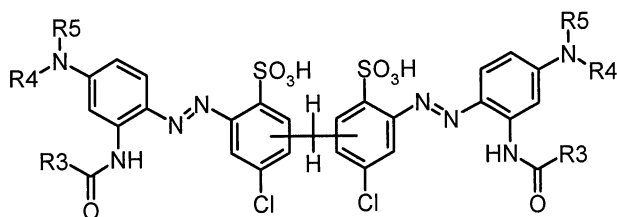
Sử dụng 3-(dialkylamino)phenylure thay vì 3-(diethylamino)axetanilit được sử dụng trong ví dụ 15 làm thành phần kết hợp thu được các thuốc nhuộm từ vàng kim đến cam vàng dưới đây:



Ví dụ	R4	R5	$\lambda_{\max}$ [nm]
26	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	486
27	-C ₂ H ₅	-CH ₂ C ₆ H ₅	485
28	-CH ₂ C ₆ H ₅	-CH ₂ C ₆ H ₅	488

Các ví dụ từ 29-39

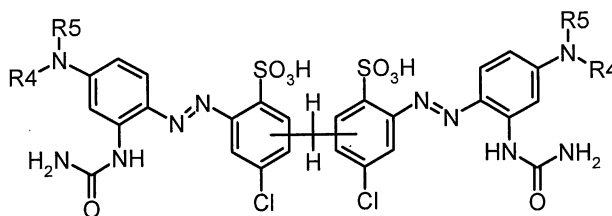
Sử dụng axit 2-amino-4-clobenzensulfonic thay vì axit 2-aminobenzensulfonic để tạo ra thành phần diazo theo các ví dụ từ 1a đến 1d và sử dụng các anilit của axit 3-dialkylamino carboxylic làm thành phần kết hợp thu được các thuốc nhuộm màu cam dưới đây:



Ví dụ	R3	R4	R5	$\lambda_{\max}$ [nm]
29	-CH ₃	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	489
30	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	489
31	-CH ₃	-C ₂ H ₅	-CH ₂ C ₆ H ₅	490
32	-C ₂ H ₅	-C ₃ H ₇	-C ₃ H ₇	488
33	-CH ₃	-CH ₂ C ₆ H ₅	-CH ₂ C ₆ H ₅	490
34	-CH ₃	-C ₄ H ₉	-C ₄ H ₉	486
35	-CH ₃	-C ₆ H ₁₃	-C ₆ H ₁₃	490
36	-CHOCH ₃	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	492
37	-CH ₂ OC ₆ H ₅	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	492
38	-CH ₃	-C ₂ H ₄ OH	-C ₂ H ₄ OH	493
39	-CH ₃	-C ₂ H ₄ OH	-C ₂ H ₄ CN	494

Các ví dụ từ 40-42

Sử dụng 3-(dialkylamino)phenylure thay vì 3-(diethylamino)axetanilit được sử dụng trong ví dụ 29 làm thành phần kết hợp thu được các thuốc nhuộm màu cam dưới đây:



Ví dụ	R4	R5	$\lambda_{\max}$ [nm]
40	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	495
41	-C ₂ H ₅	-CH ₂ C ₆ H ₅	495
42	-CH ₂ C ₆ H ₅	-CH ₂ C ₆ H ₅	495

Như đã trích dẫn nêu trên trong bản mô tả này, các hợp chất theo tất cả các ví dụ này thu được ở dạng hỗn hợp của các chất đồng phân, trong đó vị trí của nhóm SO_3H là ở vị trí ortho so với nhóm azo và ở vị trí para so với R_1 , với vị trí của nhóm liên kết CH_2 là tự do, với hợp chất trong đó nhóm CH_2 là ở vị trí para đối với các nhóm azo là chất đồng phân chiếm ưu thế.

Ví dụ sử dụng A

Bể nhuộm ở 40°C , chứa 2000 phần nước, 1 phần tác nhân cân bằng có cation hoạt tính yếu, tác nhân này dựa trên amit của axit béo aminopropyl được etoxy hóa có ái lực đối với thuốc nhuộm, 0,25 phần hợp chất từ ví dụ 1e và được điều chỉnh đến độ $\text{pH}=5$ với 1 đến 2 phần axit axetic 40% được đưa vào với 100 phần vải nylon-6. Sau 10 phút ở 40°C , bể nhuộm được đun nóng đến 98°C ở tốc độ 1°C trên phút và sau đó để ở nhiệt độ sôi trong 45 đến 60 phút. Sau đó, bể được làm lạnh xuống 70°C trong 15 phút. Vật liệu nhuộm được lấy ra khỏi bể nhuộm, được rửa với nước nóng sau đó là nước lạnh và được làm khô. Kết quả thu được là vật liệu nhuộm polyamit màu vàng kim có mức độ nhuộm tốt, có độ bền màu với ánh sáng và ảm/giặt rửa tốt và đặc tính tích tụ tốt.

Ví dụ sử dụng A được lặp lại sử dụng hợp chất từ các ví dụ 2 đến 42 với kết quả tương tự về mức độ, tính bền màu với ánh sáng và ảm/giặt rửa và đặc tính tích tụ.

Ví dụ sử dụng B

Bể nhuộm ở 40°C , chứa 2000 phần nước, 1 phần tác nhân cân bằng có cation hoạt tính yếu, tác nhân này dựa trên amit của axit béo aminopropyl được etoxy hóa có ái lực đối với thuốc nhuộm, 0,3 phần hợp chất từ ví dụ 1e và được điều chỉnh đến độ $\text{pH}=5,5$ với 1 đến 2 phần axit axetic 40% được đưa vào với 100 phần vải nylon-6,6. Sau 10 phút ở 40°C , bể nhuộm được đun nóng đến 120°C ở tốc độ $1,5^\circ\text{C}$ trên phút và sau đó để ở 120°C trong 15 đến 25 phút. Sau

đó, bể được làm lạnh xuống 70°C trong 25 phút. Vật liệu nhuộm được lấy ra khỏi bể nhuộm, được rửa với nước nóng sau đó là nước lạnh và được làm khô. Kết quả thu được là vật liệu nhuộm polyamit màu vàng kim có mức độ nhuộm tốt, có độ bền màu với ánh sáng và ẩm/giặt rửa tốt và đặc tính tích tụ tốt.

Ví dụ sử dụng B được lặp lại sử dụng hợp chất từ các ví dụ 2 đến 42 với kết quả tương tự về mức độ, tính bền màu với ánh sáng và ẩm/giặt rửa và đặc tính tích tụ.

Ví dụ sử dụng C

Bể nhuộm ở 40°C, bao gồm 4000 phần nước, 1 phần tác nhân cân bằng lưỡng tính yếu, tác nhân này dựa trên amit của axit béo được sulfat hóa, etoxy hóa và có ái lực đối với thuốc nhuộm, 0,4 phần hợp chất từ ví dụ 1e và được điều chỉnh đến độ pH=5 với 1 đến 2 phần axit axetic 40% được đưa vào với 100 phần vải len. Sau 10 phút ở 40°C, bể nhuộm được đun nóng đến nhiệt độ sôi ở tốc độ 1°C trên phút và sau đó để ở nhiệt độ sôi trong 40 đến 60 phút. Sau đó, bể được làm lạnh xuống 70°C trong 20 phút. Vật liệu nhuộm được lấy ra khỏi bể nhuộm, được rửa với nước nóng sau đó là nước lạnh và được làm khô. Kết quả thu được là vật liệu len được nhuộm màu vàng kim có mức độ nhuộm tốt, có độ bền màu với ánh sáng và ẩm/giặt rửa tốt và đặc tính tích tụ tốt.

Ví dụ sử dụng C được lặp lại sử dụng hợp chất từ các ví dụ 2 đến 42 với kết quả tương tự về mức độ, tính bền màu với ánh sáng và ẩm/giặt rửa và đặc tính tích tụ.

Ví dụ sử dụng D

100 phần vật liệu nylon 6 kiểu dệt được đem dịch lỏng ở 50°C bao gồm

40 phần hợp chất từ ví dụ 1e,

- 100 phần uê,
- 20 phần chất hòa tan không ion dựa trên butyldiglycol,
- 15-20 phần axit axetic (để điều chỉnh độ pH đến 4),
- 10 phần tác nhân làm cân bằng có hoạt tính cation yếu, tác nhân này dựa trên amit của axit béo aminopropyl được etoxy hóa và có ái lực với thuốc nhuộm, và
- 810-815 phần nước (để tạo thành tới 1000 phần dịch lỏng đậm).

Vật liệu do đó được thấm được cuộn lại và giữ trong buồng hơi trong các điều kiện hơi bão hòa ở 85 đến 98°C trong 3 đến 6 giờ để cố định. Vật liệu nhuộm sau đó được rửa bằng nước nóng và nước lạnh và được làm khô. Kết quả thu được là vật liệu nylon được nhuộm màu vàng kim có mức độ nhuộm tốt, độ bền màu với ánh sáng và ẩm/giặt rửa tốt và đặc tính tích tụ tốt.

Ví dụ sử dụng D được lặp lại sử dụng hợp chất từ các ví dụ 2 đến 42 với kết quả tương tự về mức độ, tính bền màu với ánh sáng và ẩm/giặt rửa và đặc tính tích tụ.

Ví dụ sử dụng E

Vật liệu vải cắt dạng tám xếp chồng bao gồm nylon 6 và có thớ nền tổng hợp được đậm dịch lỏng chứa trên 1000 phần

- 1 phần hợp chất từ ví dụ 1e,
- 4 phần chất cô đặc có trên thị trường dựa trên ete bột hạt carob,
- 2 phần etylen oxit không ion là sản phẩm cộng của alkylphenol cao hơn,
- 1 phần axit axetic 60%.

Sau đó in với hồ chứa các thành phần sau đây trên 1000 phần:

- 20 phần alkylamin béo được alkoxylat hóa có trên thị trường (sản phẩm thay thế),
- 20 phần chất cô đặc có trên thị trường dựa trên ete bột hạt carob.

Việc in được cố định trong 6 phút trong hơi bão hòa ở 100°C, được rửa và làm khô. Kết quả thu được là vật liệu phủ màu ở mức có họa tiết màu vàng kim và màu trắng.

Ví dụ sử dụng E được lặp lại sử dụng hợp chất từ các ví dụ 2 đến 42 với kết quả tương tự về mức độ, tính bền màu với ánh sáng và ẩm/giặt rửa và đặc tính tích tụ.

Ví dụ sử dụng F

3 phần các hợp chất từ ví dụ 1 đến 42 được hòa tan trong 82 phần nước khử khoáng và 15 phần dietylen glycol ở 60°C. Làm lạnh đến nhiệt độ phòng tạo ra mực in màu nâu vàng mà đặc biệt thích hợp để in phun trên giấy hoặc vải polyamit và vải len.

Ví dụ sử dụng G

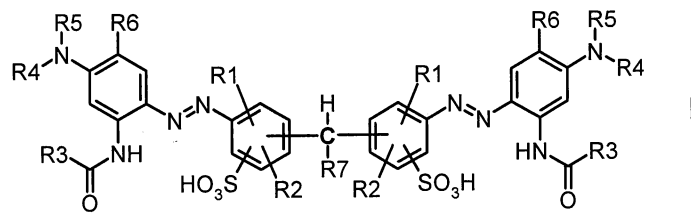
Bể nhuộm ở 40°C, chứa

- 2000 phần nước,
- 1 phần tác nhân làm cân bằng có hoạt tính cation yếu, tác nhân này dựa trên amit của axit béo aminopropyl được etoxy hóa và có ái lực với thuốc nhuộm,
- 0,3 phần thuốc nhuộm từ ví dụ 1e,
- 0,3 phần thuốc nhuộm đỏ theo ví dụ 2 của WO 2007/115960,
- 0,3 phần thuốc nhuộm đỏ theo ví dụ 1 của WO 2013/056838

và được điều chỉnh đến độ pH=5,5 với 1 đến 2 phần axit axetic 40% được thêm vào 100 phần vải nylon 6,6. Sau 10 phút ở 40°C, bể nhuộm được đun nóng đến 120°C ở tốc độ 1,5°C trên phút và sau đó để ở 120°C trong từ 15 đến 25 phút. Sau đó, bể được làm lạnh xuống 70°C trong 25 phút. Vật liệu nhuộm được lấy ra khỏi bể nhuộm, được rửa với nước nóng sau đó là nước lạnh và được làm khô. Kết quả thu được là vật liệu nhuộm polyamit màu oliu có mức độ nhuộm tốt, có độ bền màu với ánh sáng và ẩm/giặt rửa tốt và đặc tính tích tụ tốt.

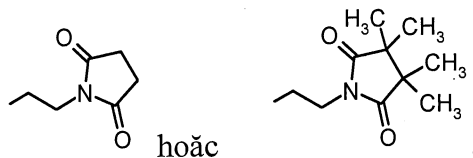
YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hợp chất có công thức chung (I):



trong đó:

- R1 là hydro, C₁₋₁₂ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₁₂ alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, aryl được thế hoặc không được thế hoặc halogen,
- R2 là hydro, C₁₋₁₂ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế,
- R3 là C₁₋₁₂ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₁₂ alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, aryl hoặc NR₈R₉ được thế hoặc không được thế,
- R4, R5 là C₁₋₁₂ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₁₂ alkenyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₁₂ alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, aryl được thế hoặc không được thế,



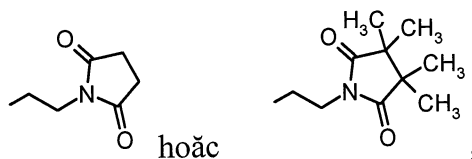
- R6 là hydro, C₁₋₁₂ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₁₂ alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế,
- R7 là hydro, C₁₋₁₂ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế,

R8, R9 độc lập là hydro hoặc được xác định như R4 và R5, trong đó, trong hợp chất có công thức (I), nhóm $-\text{SO}_3\text{H}$ có thể là axit tự do, muối hoặc hỗn hợp muối.

2. Hợp chất theo điểm 1, trong đó các phần tử thế của các nhóm alkyl, alkenyl, alkoxy và aryl được thế độc lập được chọn từ nhóm bao gồm halogen, $-\text{OH}$, $-\text{COOH}$, $-\text{CN}$, $-\text{SO}_3\text{H}$, aryl, aryloxy, $-\text{O}(\text{C}_{1-4} \text{ alkyl})$, $-\text{O}(\text{C}_{1-4} \text{ alkoxy})$, $-\text{CO}-\text{O}-\text{C}_{1-4} \text{ alkyl}$, $-\text{O}-\text{CO}-\text{C}_{1-4} \text{ alkyl}$, $-\text{O}-\text{CO}-\text{aryl}$, $-\text{CO}-(\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2)_n-\text{O}-\text{C}_{1-4} \text{ alkyl}$, trong đó n là từ 1 đến 10, C_{1-4} alkenyl, C_{1-4} alkynyl, $-\text{NR}_x\text{R}_y$, trong đó R_x và R_y độc lập là hydro hoặc C_{1-4} alkyl.
3. Hợp chất theo điểm 1 hoặc 2, trong đó các nhóm $-\text{SO}_3\text{H}$ là ở vị trí ortho đối với các nhóm azo.

4. Hợp chất theo điểm bất kì trong số các điểm nêu trên, trong đó:

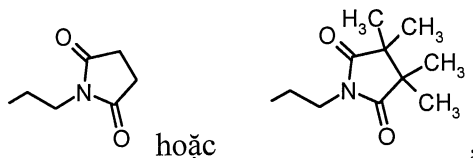
- R1 là hydro, C_{1-6} alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_{1-6} alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế hoặc halogen,
- R2 là hydro hoặc C_{1-12} alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế,
- R3 là C_{1-12} alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_{1-12} alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, aryl được thế hoặc không được thế hoặc NH_2 ,
- R4, R5 là C_{1-12} alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_{1-12} alkenyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C_{1-12} alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, aryl được thế hoặc không được thế,



- R6 là hydro, C₁₋₆ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, C₁₋₆ alkoxy mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế,
- R7 là hydro, C₁₋₆ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế.

5. Hợp chất theo điểm bất kì trong số các điểm nêu trên, trong đó:

- R1 là hydro, -CH₃, -Cl hoặc -OCH₃,
- R2 là hydro hoặc -CH₃,
- R3 là -CH₃, -CH₂CH₃, -CH₂CH₂CH₃, -C₆H₅, -C₆H₄CH₃, -CH₂CH₂Cl, -CH₂OCH₃, -CH₂OCH₂CH₃, -CH₂OH, -CH₂OC₆H₅, -OCH₃, -OCH₂CH₃, -OCH₂CH₂CH₃, -OCH₂CH₂OCH₂CH₃, -OCH₂CH₂CH₂CH₂CH₃, -OCH₂CH(CH₂CH₃)CH₂CH₂CH₂CH₃, -OC₁₀H₂₁, -OC₁₂H₂₅ hoặc NH₂,
- R4, R5 là -CH₃, -CH₂CH₃, -CH₂C₆H₅, -CH₂CH₂CH₃, -CH₂CH₂CH₂CH₃, -CH₂CH₂CH₂CH₂CH₃, -CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₃, CH₂CH₂OH, -CH₂CH(OH)CH₂CH₃, -CH₂CH=CH₂, -CH₂CH₂C≡N, -CH₂CH₂COOCH₂CH₂OCH₃, -CH₂CH₂COOCH₃, -CH₂CH₂OCH₂CH₂OCH₃, -CH₂CH₂OCOCH₂CH₃, -CH₂CH₂OCOC₆H₅, -CH₂CH₂OCOCH₃, -CH₂COOCH₃, -CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₃,

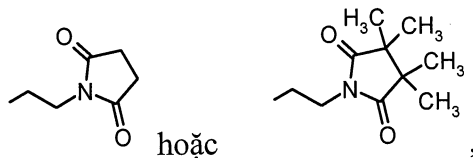


- R6 là hydro, -CH₃, -CH₂CH₃, -CH₂CH₂OH, -OCH₃, -OCH₂CH₃ hoặc -OCH₂C₆H₅,
- R7 là hydro, -CH₃ hoặc -CH₂CH₃.

6. Hợp chất theo điểm bất kì trong số các điểm nêu trên, trong đó:

- R1 là hydro, -CH₃, -Cl hoặc -OCH₃,
- R2 là hydro hoặc -CH₃,

- R3 là -CH₃, -CH₂CH₃, -CH₂CH₂CH₃, -C₆H₅, -C₆H₄CH₃, -CH₂CH₂Cl, -CH₂OCH₃, -CH₂OCH₂CH₃, -CH₂OH, -CH₂OC₆H₅, -OCH₃, -OCH₂CH₃, -OCH₂CH₂CH₃, -OCH₂CH₂OCH₂CH₃, -OCH₂CH₂CH₂CH₂CH₃, -OCH₂CH(CH₂CH₃)CH₂CH₂CH₂CH₃, -OC₁₀H₂₁, -OC₁₂H₂₅ hoặc NH₂,
- R4, R5 là -CH₃, -CH₂CH₃, -CH₂C₆H₅, -CH₂CH₂CH₃, -CH₂CH₂CH₂CH₃, -CH₂CH₂CH₂CH₂CH₃, -CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₃, CH₂CH₂OH, -CH₂CH(OH)CH₂CH₃, -CH₂CH=CH₂, -CH₂CH₂C≡N, -CH₂CH₂COOCH₂CH₂OCH₃, -CH₂CH₂COOCH₃, -CH₂CH₂OCH₂CH₂OCH₃, -CH₂CH₂OCOCH₂CH₃, -CH₂CH₂OCOC₆H₅, -CH₂CH₂OCOCH₃, -CH₂COOCH₃, -CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₃,



- R6 là hydro, -CH₃, -CH₂CH₃, -CH₂CH₂OH, -OCH₃, -OCH₂CH₃ hoặc -OCH₂C₆H₅,
- R7 là hydro.

7. Hợp chất theo điểm bất kì trong số các điểm nêu trên, trong đó:

- R1 là hydro, -CH₃, -Cl hoặc -OCH₃,
- R2 là hydro,
- R3 là C₁₋₃ alkyl hoặc -NH₂,
- R4, R5 là C₂₋₆ alkyl hoặc benzyl mạch thẳng được thế hoặc không được thế,
- R6 là hydro, -CH₃, -CH₂CH₃, -CH₂CH₂OH, -OCH₃, -OCH₂CH₃ hoặc -OCH₂C₆H₅,
- R7 là hydro.

8. Hợp chất theo điểm bất kì trong số các điểm nêu trên, trong đó:

- R1 là hydro, -CH₃ hoặc -Cl,
- R2 là hydro,

R3 là -CH₃, -CH₂CH₃ hoặc -NH₂,

R4, R5 là C₂₋₆ alkyl hoặc benzyl mạch thẳng được thế hoặc không được thế,

R6, R7 là hydro.

9. Hợp chất theo điểm bất kì trong số các điểm nêu trên, trong đó:

R1, R2 là hydro,

R3 là -CH₃,

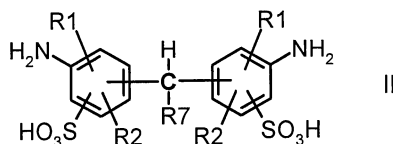
R4, R5 là C₂₋₆ alkyl hoặc benzyl mạch thẳng được thế hoặc không được thế,

R6, R7 là hydro.

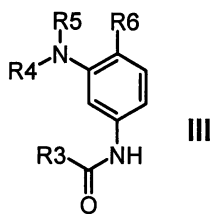
10. Hợp chất theo điểm bất kì trong số các điểm nêu trên, trong đó hợp chất này có mặt ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều các chất đồng phân, với chất đồng phân có cấu trúc hóa lập thể sau đây là chất chiếm ưu thế:

- các nhóm -SO₃H là ở vị trí ortho đối với các nhóm azo; hoặc
- các nhóm -SO₃H là ở vị trí ortho đối với các nhóm azo, và các nhóm -SO₃H là ở vị trí para đối với R₁; hoặc
- các nhóm -SO₃H là ở vị trí ortho đối với các nhóm azo, và nhóm CHR₇ là ở vị trí para đối với các nhóm azo; hoặc
- các nhóm -SO₃H là ở vị trí ortho đối với các nhóm azo, và nhóm CHR₇ là ở vị trí para đối với các nhóm azo, và các nhóm -SO₃H là ở vị trí para đối với R₁.

11. Quy trình điều chế hợp chất có công thức (I) theo điểm bất kì trong số các điểm nêu trên, trong đó cả hai nhóm chức amin của hợp chất có công thức (II):



được diazo hóa và được kết hợp với toàn bộ hai đương lượng của hợp chất có công thức (III):



trong đó R1 đến R7 là như được xác định theo điểm 1, trong đó, trong hợp chất có công thức (I), nhóm $-SO_3H$ có thể là axit tự do, muối hoặc hỗn hợp muối.

12. Quy trình nhuộm lên nền hữu cơ bao gồm bước cho ít nhất một hợp chất có công thức (I) theo điểm bất kì trong số các điểm từ 1 đến 10 hoặc được sản xuất theo quy trình của điểm 11 tiếp xúc với nền hữu cơ này, mà có thể là vật liệu dạng sợi có đonit nhỏ hoặc sợi cỡ micro.
13. Quy trình in lên nền hữu cơ bao gồm bước cho ít nhất một hợp chất có công thức (I) theo điểm bất kì trong số các điểm từ 1 đến 10 hoặc được sản xuất theo quy trình của điểm 11 tiếp xúc với nền hữu cơ này, mà có thể là vật liệu dạng sợi có đonit nhỏ hoặc sợi cỡ micro.
14. Quy trình nhuộm theo điểm 12, trong đó quy trình này là quy trình nhuộm xả hoặc quy trình nhuộm liên tục, mà bao gồm quy trình ngấm ép-hấp.
15. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 12 đến 14, trong đó nền hữu cơ là vật liệu giấy, vật liệu dạng sợi bao gồm hoặc chỉ bao gồm polyamit, polyuretan tự nhiên và tổng hợp, hoặc hỗn hợp của chúng.
16. Mực in bao gồm ít nhất một hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, hoặc được điều chế theo quy trình của điểm 11.
17. Dung dịch nhuộm chứa ít nhất một hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, hoặc được điều chế theo quy trình của điểm 11.

18. Nền hữu cơ thu được bằng quy trình nhuộm và/hoặc in bao gồm bước cho ít nhất một hợp chất có công thức (I) theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, hoặc được điều chế theo quy trình của điểm 11 tiếp xúc với nền hữu cơ này.
19. Nền hữu cơ theo điểm 18, trong đó nền hữu cơ là vật liệu dạng sợi có đơn vị nhỏ hoặc sợi cỡ micro.