



- (12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ
(51)⁸ C09B 31/18; C09D 11/328; D06P 1/06; (13) B
C09B 67/22



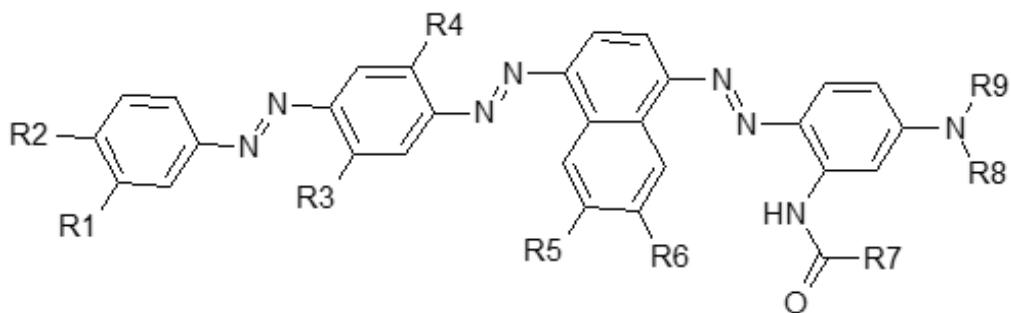
1-0045062

-
- (21) 1-2017-03570 (22) 15/03/2016
(86) PCT/EP2016/000464 15/03/2016 (87) WO2016/146257 22/09/2016
(30) 15000774.8 16/03/2015 EP
(45) 25/04/2025 445 (43) 25/12/2017 357A
(71) ARCHROMA IP GMBH (CH)
Neuhofstrasse 11, CH-4153 Reinach, Switzerland
(72) NUSSER, Rainer (DE).
(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)
-

- (54) HỢP CHẤT TRISAZO, QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ HỢP CHẤT NÀY VÀ CHẾ PHẨM NHUỘM CHỨA HỢP CHẤT NÀY

(21) 1-2017-03570

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất trisazo có công thức (I):



(I)

trong đó R¹, R², R³, R⁴, R⁵, R⁶, R⁷, R⁸, R⁹ được xác định theo sáng chế. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến quy trình điều chế hợp chất này và chế phẩm nhuộm chứa hợp chất này.

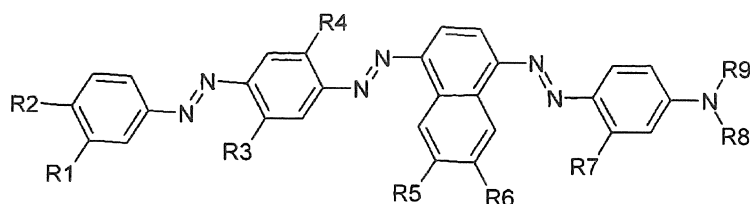
Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các thuốc nhuộm axit trisazo mới, quy trình điều chế các thuốc nhuộm này, và việc sử dụng chúng trong quy trình nhuộm hoặc quy trình in.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

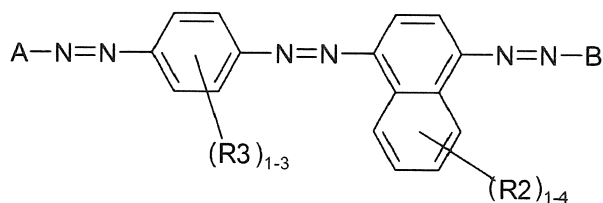
Các thuốc nhuộm axit trisazo là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này.

WO 2013/056838 A1 bộc lộ các thuốc nhuộm trisazo có công thức sau



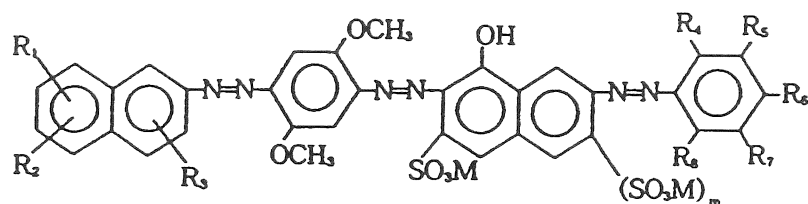
trong đó các gốc có nghĩa như được xác định trong tài liệu này. Các thuốc nhuộm này đặc biệt thích hợp để nhuộm chất liệu sợi, mà chứa hoặc làm từ polyamit tự nhiên hoặc tổng hợp, để có tông màu xanh da trời, tím phớt xanh hoặc đen.

EP 2 457 955 A1 bộc lộ các thuốc nhuộm trisazo có công thức sau



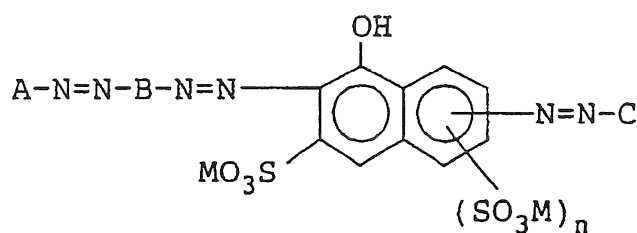
trong đó ba nhóm azo liên kết bởi các cấu trúc thơm như các nhóm benzen và/hoặc naphtalen như được định nghĩa trong tài liệu này. Các thuốc nhuộm này đặc biệt thích hợp để làm giấy hoặc bìa cứng các tông có tông màu hơi nâu.

EP 0 490 195 A1 bộc lộ mực in chứa ít nhất là nước, dung môi hữu cơ tan trong nước và thuốc nhuộm, thuốc nhuộm này chứa dung môi có công thức chung dưới đây



trong đó các gốc có nghĩa như được xác định trong tài liệu này. Các thuốc nhuộm này thích hợp để in phun.

EP 0 422 668 A2 bộc lộ chất lỏng ghi chứa dung môi và ít nhất một thuốc nhuộm có công thức sau

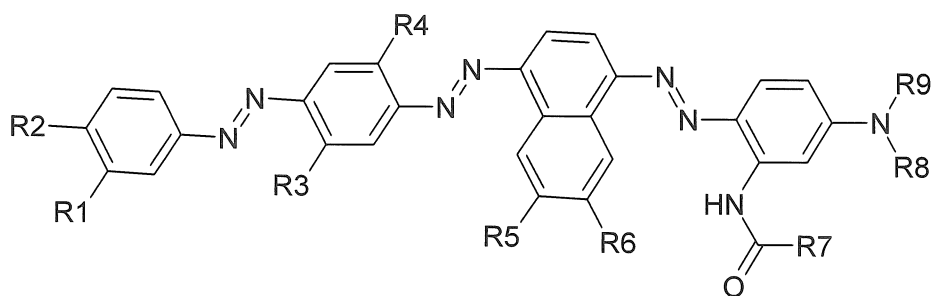


trong đó A là nhóm phenyl hoặc naphtyl được thế hoặc không được thế, B là nhóm naphtylen được thế hoặc không được thế, và C là nhóm phenyl, pyridyl hoặc pyrimidinyl được thế như được định nghĩa trong tài liệu này, và phương pháp ghi bằng cách in phun sử dụng chất lỏng ghi này.

Vẫn đang có nhu cầu về các thuốc nhuộm axit trisazo mà có những tính chất được cải thiện, như mức độ nhuộm (tức là tính đồng nhất của tông màu trong chất nền được nhuộm), tính bền màu (tính bền màu với ánh sáng và ẩm ướt/giặt, tức là khả năng chống lại sự nhạt và trôi màu khi tiếp xúc với ánh sáng và môi trường ẩm ướt), và đặc tính tích tụ. Ngoài ra, đang có nhu cầu về các thuốc nhuộm trisazo màu xanh da trời mà có thể được sử dụng trong quy trình nhuộm hoặc in ba màu khi muốn trộn với thuốc nhuộm màu đỏ và thuốc nhuộm màu vàng để tạo ra một màu mong muốn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến hợp chất có công thức (I)



(I)

trong đó

R^1 là hydro, C_1 - C_6 -alkyl mạch không phân nhánh hoặc C_3 - C_6 -alkyl mạch nhánh, SO_3Y , hoặc $SO_2CH_2CH_2OH$,

R^2 là hydro, C_1 - C_6 -alkyl mạch không phân nhánh hoặc C_3 - C_6 -alkyl mạch nhánh, SO_3Y , $SO_2CH_2CH_2OH$, hoặc $-NHCH_2CH_2OH$,

R^3 và R^4 độc lập với nhau là hydro, C_1 - C_6 -alkyl mạch không phân nhánh hoặc C_3 - C_6 -alkyl mạch nhánh, C_1 - C_6 -alkoxy mạch không phân nhánh hoặc C_3 - C_6 -alkoxy mạch nhánh,

R^5 là hydro hoặc SO_3Y ,

R^6 là hydro hoặc SO_3Y ,

R^7 là hydro, C_1 - C_6 -alkyl mạch không phân nhánh hoặc C_3 - C_6 -alkyl mạch nhánh, phenyl, hoặc C_1 - C_{12} -alkoxy mạch không phân nhánh, hoặc C_3 - C_{12} -alkoxy mạch nhánh, hoặc NH_2 ,

R^8 và R^9 độc lập với nhau là C_1 - C_6 -alkyl mạch không phân nhánh hoặc C_3 - C_6 -alkyl mạch nhánh, hoặc aryl, hoặc $-(CH_2)_n$ -aryl với $n = 1, 2, 3$ hoặc 4;

trong đó Y là H^+ hoặc cation kim loại kiềm, ưu tiên là Na^+ hoặc K^+ ; và

trong đó hợp chất có công thức (I) chứa ít nhất một nhóm SO_3Y .

Theo một phương án, hợp chất có công thức (I) chứa hai hoặc ba nhóm SO_3Y , ưu

tiên là hai nhóm SO_3Y .

Theo một phương án, R^1 là hydro hoặc SO_3Y hoặc $\text{SO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$.

Theo một phương án, R^2 là hydro, SO_3Y hoặc $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$.

Theo một phương án, R^3 và R^4 độc lập với nhau là hydro, hoặc $\text{C}_1\text{-C}_4\text{-alkyl}$ mạch không phân nhánh, hoặc $\text{C}_3\text{-C}_4\text{-alkyl}$ mạch nhánh.

Theo một phương án, R^7 là hydro, hoặc NH_2 , hoặc $\text{C}_1\text{-C}_4\text{-alkyl}$ mạch không phân nhánh, hoặc $\text{C}_3\text{-C}_4\text{-alkyl}$ mạch nhánh. Ưu tiên là, R^7 là metyl hoặc etyl.

Theo một phương án, R^8 là $-(\text{CH}_2)_n\text{-phenyl}$, trong đó $n = 1, 2, 3$ hoặc 4 ; hoặc $-(\text{CH}_2)_n\text{-naphthyl}$, trong đó $n = 1, 2, 3$ hoặc 4 .

Theo một phương án, R^8 là nhóm $-(\text{CH}_2)_{1-2}\text{-phenyl}$, hoặc nhóm $-(\text{CH}_2)_{1-2}\text{-phenyl}$, trong đó gốc phenyl này được thế bằng một nhóm SO_3Y hoặc bằng một nhóm nitro.

Theo một phương án, R^9 là $\text{C}_1\text{-C}_4\text{-alkyl}$ mạch không phân nhánh, hoặc $\text{C}_3\text{-C}_4\text{-alkyl}$ mạch nhánh.

Theo một phương án,

R^1 là hydro hoặc SO_3Y hoặc $\text{SO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$;

R^2 là hydro, SO_3Y hoặc $\text{SO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ hoặc $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$;

R^3 và R^4 độc lập với nhau là hydro, metyl hoặc metoxy;

R^5 là hydro hoặc SO_3Y ;

R^6 là hydro hoặc SO_3Y ;

R^7 là hydro hoặc metyl;

R^8 là $-(\text{CH}_2)_n\text{-phenyl}$ hoặc $-(\text{CH}_2)_n\text{-phenyl}$ được thế bằng SO_3Y , trong đó $n = 1, 2$;

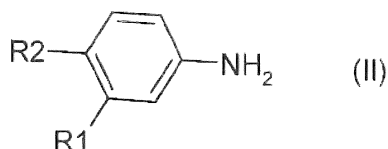
R^9 là metyl hoặc etyl;

với điều kiện là cả R^5 và R^6 không đồng thời là SO_3Y .

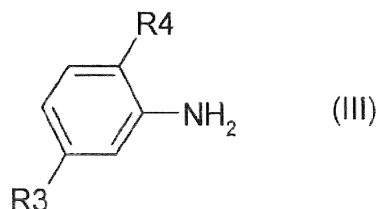
Theo một phương án, các nhóm C₁-C₆-alkyl mạch không phân nhánh hoặc các nhóm C₃-C₆-alkyl mạch nhánh trong định nghĩa R¹, R², R³ hoặc R⁴, R⁷, hoặc R⁸ và R⁹, hoặc C₁-C₆-alkoxy mạch không phân nhánh hoặc C₃-C₆-alkoxy mạch nhánh trong định nghĩa R³ và R⁴, hoặc C₁-C₁₂-alkoxy mạch không phân nhánh hoặc C₃-C₁₂-alkoxy mạch nhánh trong định nghĩa R⁷ có thể độc lập với nhau mang một hoặc nhiều phần tử thay thế được chọn từ các nhóm hydroxyl hoặc các nhóm xyano.

Theo một phương án, nhóm phenyl trong định nghĩa R⁷ có thể được thế bằng một hoặc nhiều trong số C₁-C₄-alkyl, C₁-C₄-alkoxy, halogen hoặc nitro.

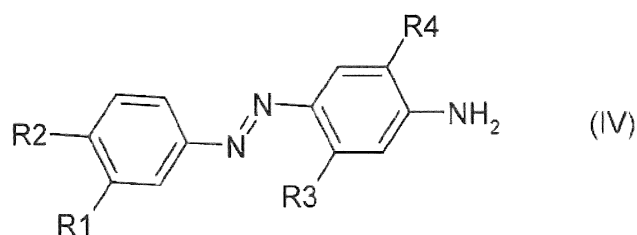
Sáng chế còn đề xuất quy trình điều chế hợp chất có công thức (I), trong đó quy trình này bao gồm việc diazo hóa và kết hợp hợp chất có công thức (II)



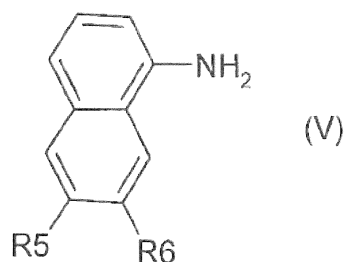
với một đương lượng hợp chất có công thức (III),



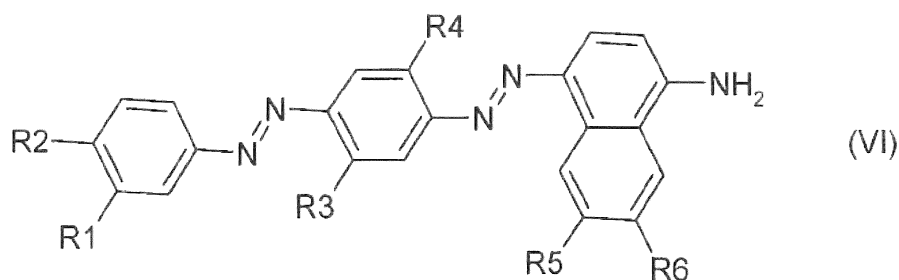
diazo hóa và kết hợp amin có công thức (IV) thu được



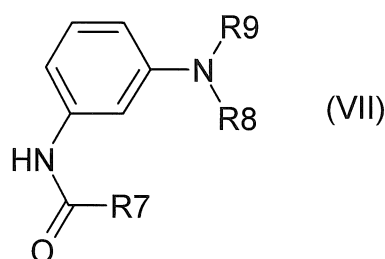
với một đương lượng hợp chất có công thức (V)



và diazo hóa và kết hợp amin có công thức (VI) thu được



với một đương lượng hợp chất có công thức (VII)



trong đó các gốc từ R^1 đến R^9 là như được xác định trong công thức (I).

Sáng chế còn đề cập đến việc sử dụng hợp chất có công thức (I), hoặc sử dụng hợp chất được điều chế bởi quy trình điều chế hợp chất có công thức (I) của sáng chế trong quy trình nhuộm hoặc quy trình in, ưu tiên là quy trình nhuộm hoặc in chất nền, đặc biệt là chất nền dạng sợi, ưu tiên là chất liệu sợi chứa hoặc làm từ ít nhất một polyamit tự nhiên, ưu tiên là được chọn từ len hoặc tơ, hoặc ít nhất một polyamit tổng hợp, ưu tiên là được chọn từ nylon hoặc các hỗn hợp của chúng.

Theo một phương án, hợp chất có công thức (I), hoặc hợp chất được điều chế theo quy trình điều chế hợp chất có công thức (I) của sáng chế được sử dụng làm thành

phần màu xanh da trời trong quy trình in ba màu hoặc nhuộm ba màu.

Sáng chế còn đề xuất quy trình nhuộm hoặc in chất nền, trong đó quy trình này là quy trình in ba màu hoặc nhuộm ba màu để tạo ra chất nền chứa màu, trong đó thành phần màu xanh da trời được sử dụng trong quy trình in ba màu hoặc nhuộm ba màu là hợp chất có công thức (I), hoặc hợp chất được điều chế theo quy trình điều chế hợp chất có công thức (I) của sáng chế.

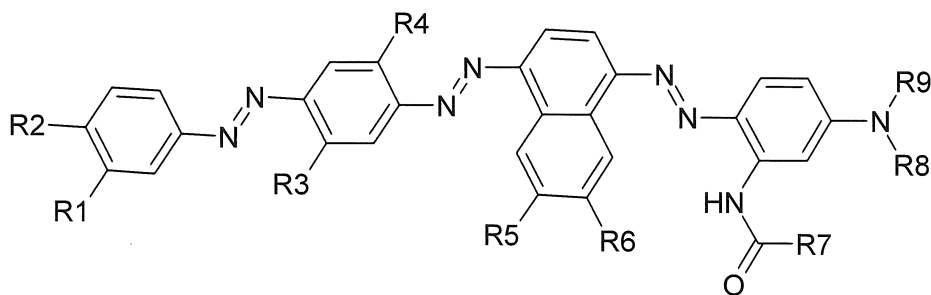
Sáng chế còn đề xuất chất nền chứa màu được điều chế theo quy trình điều chế hợp chất có công thức (I) của sáng chế.

Sáng chế còn đề xuất chế phẩm nhuộm chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I), ưu tiên là thuốc nhuộm màu xanh da trời, hoặc được điều chế theo quy trình của sáng chế.

Theo một phương án, chế phẩm còn chứa thuốc nhuộm màu vàng và thuốc nhuộm màu đỏ.

Phạm vi của sáng chế cũng bao hàm các mục từ 1 đến 15 dưới đây:

1. Hợp chất có công thức (I)



(I)

và các hỗn hợp của nó

trong đó

R¹ là hydro, C₁-C₆-alkyl mạch không phân nhánh và không được thế hoặc C₃-C₆-alkyl mạch nhánh và không được thế, hoặc C₁-C₆-alkyl mạch không phân nhánh và được thế hoặc C₃-C₆-alkyl mạch nhánh và được thế, hoặc SO₃Y, hoặc SO₂CH₂CH₂OH,

R^2 là hydro, C_1 - C_6 -alkyl mạch không phân nhánh và không được thế hoặc C_3 - C_6 -alkyl mạch nhánh và không được thế, hoặc C_1 - C_6 -alkyl mạch không phân nhánh và được thế hoặc C_3 - C_6 -alkyl mạch nhánh và được thế, SO_3Y , hoặc $SO_2CH_2CH_2OH$, hoặc $-NHCH_2CH_2OH$,

R^3 và R^4 độc lập với nhau là hydro, C_1 - C_6 -alkyl mạch không phân nhánh và không được thế hoặc C_3 - C_6 -alkyl mạch nhánh và không được thế, hoặc C_1 - C_6 -alkyl mạch không phân nhánh và được thế hoặc C_3 - C_6 -alkyl mạch nhánh và được thế, C_1 - C_6 -alkoxy mạch không phân nhánh và không được thế hoặc C_3 - C_6 -alkoxy mạch nhánh và không được thế, hoặc C_1 - C_6 -alkoxy mạch không phân nhánh và được thế hoặc C_3 - C_6 -alkoxy mạch nhánh và được thế,

R^5 là hydro hoặc SO_3Y ,

R^6 là hydro hoặc SO_3Y ,

R^7 là hydro, C_1 - C_6 -alkyl mạch không phân nhánh và không được thế hoặc C_3 - C_6 -alkyl mạch nhánh và không được thế, hoặc C_1 - C_6 -alkyl mạch không phân nhánh và được thế hoặc C_3 - C_6 -alkyl mạch nhánh và được thế, phenyl được thế hoặc không được thế, hoặc C_1 - C_{12} -alkoxy mạch không phân nhánh và không được thế, hoặc C_3 - C_{12} -alkoxy mạch nhánh và không được thế, hoặc C_1 - C_{12} -alkoxy mạch không phân nhánh và được thế, hoặc C_3 - C_{12} -alkoxy mạch nhánh và được thế, hoặc NH_2 ,

R^8 và R^9 độc lập với nhau là C_1 - C_6 -alkyl mạch không phân nhánh và không được thế hoặc C_3 - C_6 -alkyl mạch nhánh và không được thế, hoặc C_1 - C_6 alkyl mạch không phân nhánh và được thế hoặc C_3 - C_6 -alkyl mạch nhánh và được thế, hoặc aryl, hoặc $-(CH_2)_n$ -aryl với $n = 1, 2, 3$ hoặc 4 , trong đó các gốc aryl này có thể được thế;

trong đó Y là H^+ hoặc cation kim loại kiềm, ưu tiên là Na^+ hoặc K^+ ; và

trong đó hợp chất có công thức (I) chứa ít nhất một nhóm anion.

2. Hợp chất theo mục 1, trong đó hợp chất có công thức (I) chứa một, hoặc hai, hoặc ba nhóm anion, ưu tiên là ít nhất một nhóm SO_3Y , ưu tiên hơn là hai nhóm SO_3Y .

3. Hợp chất theo ít nhất một trong số các mục 1 và 2 trên đây, trong đó R^1 là hydro

hoặc SO_3Y , hoặc $\text{SO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$.

4. Hợp chất theo ít nhất một trong số các mục từ 1 đến 3 trên đây, trong đó R^2 là hydro, SO_3Y , hoặc $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$.

5. Hợp chất theo ít nhất một trong số các mục từ 1 đến 4 trên đây, trong đó R^3 và R^4 độc lập với nhau là hydro, hoặc C_1 - C_4 -alkyl mạch không phân nhánh và không được thế, hoặc C_3 - C_4 -alkyl mạch nhánh và không được thế, hoặc C_1 - C_4 -alkyl mạch không phân nhánh và được thế, hoặc C_3 - C_4 -alkyl mạch nhánh và được thế.

6. Hợp chất theo ít nhất một trong số các mục từ 1 đến 5 trên đây, trong đó R^7 là hydro, hoặc NH_2 , hoặc C_1 - C_4 -alkyl mạch không phân nhánh và không được thế, hoặc C_3 - C_4 -alkyl mạch nhánh và không được thế, hoặc C_1 - C_4 -alkyl mạch không phân nhánh và được thế, hoặc C_3 - C_4 -alkyl mạch nhánh và được thế, ưu tiên là metyl hoặc etyl.

7. Hợp chất theo ít nhất một trong số các mục từ 1 đến 6 trên đây, trong đó R^8 là $-(\text{CH}_2)_n$ -phenyl được thế hoặc không được thế, trong đó $n = 1, 2, 3$ hoặc 4; hoặc $-(\text{CH}_2)_n$ -naphthyl được thế hoặc không được thế, trong đó $n = 1, 2, 3$ hoặc 4.

8. Hợp chất theo ít nhất một trong số các mục từ 1 đến 7 trên đây, trong đó R^8 là nhóm $-(\text{CH}_2)_{1-2}$ -phenyl, hoặc nhóm $-(\text{CH}_2)_{1-2}$ -phenyl, trong đó gốc phenyl được thế bằng một nhóm SO_3Y hoặc một nhóm nitro.

9. Hợp chất theo ít nhất một trong số các mục từ 1 đến 8 trên đây, trong đó R^9 là C_1 - C_4 -alkyl mạch không phân nhánh và không được thế, hoặc C_3 - C_4 -alkyl mạch nhánh và không được thế, hoặc C_1 - C_4 -alkyl mạch không phân nhánh và được thế, hoặc C_3 - C_4 -alkyl mạch nhánh và được thế.

10. Hợp chất theo ít nhất một trong số các mục từ 1 đến 9 trên đây, trong đó

R^1 là hydro hoặc SO_3Y hoặc $\text{SO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$;

R^2 là hydro, SO_3Y , hoặc $\text{SO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ hoặc $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$;

R^3 và R^4 độc lập với nhau là hydro, metyl hoặc metoxy;

R^5 là hydro hoặc SO_3Y ;

R^6 là hydro hoặc SO_3Y ;

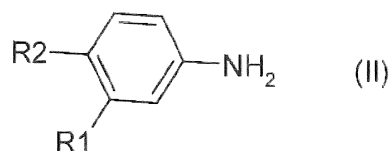
R^7 là hydro hoặc metyl;

R^8 là $-(CH_2)_n$ -phenyl hoặc $-(CH_2)_n$ -phenyl được thế bằng SO_3Y , trong đó $n = 1, 2$;

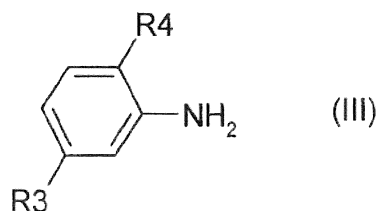
R^9 là metyl hoặc etyl;

với điều kiện là cả R^5 và R^6 không đồng thời là SO_3Y .

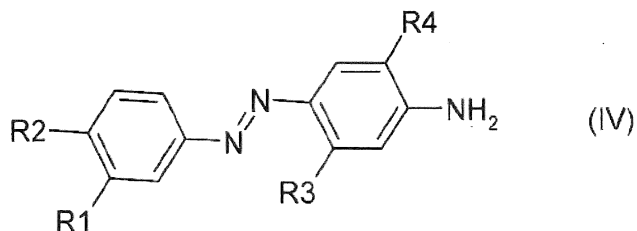
11. Quy trình điều chế hợp chất theo ít nhất một trong số các mục từ 1 đến 10 trên đây, trong đó quy trình này bao gồm việc diazo hóa và kết hợp hợp chất có công thức (II)



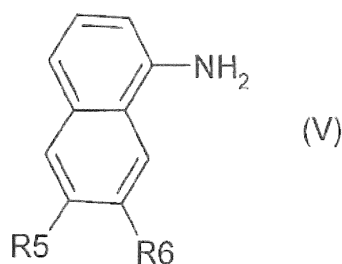
với một đương lượng hợp chất có công thức (III),



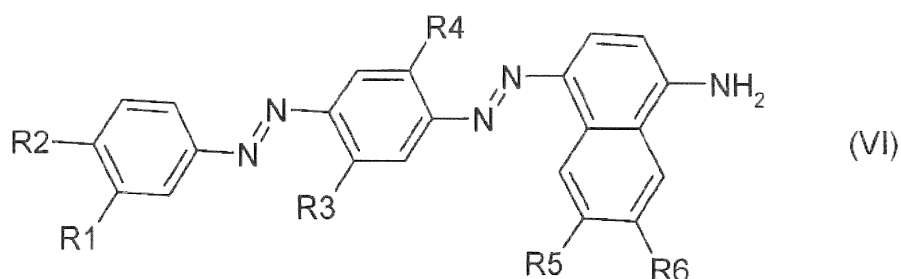
diazo hóa và kết hợp amin có công thức (IV) thu được



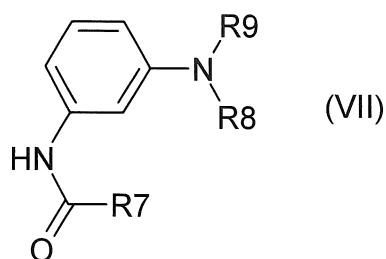
với một đương lượng hợp chất có công thức (V)



và diazo hóa và kết hợp amin có công thức (VI) thu được



với một đương lượng hợp chất có công thức (VII)



trong đó các gốc từ R^1 đến R^9 là như được xác định trong ít nhất một trong số các mục từ 1 đến 10 trên đây.

12. Sử dụng hợp chất theo ít nhất một trong số các mục từ 1 đến 10 trên đây, hoặc sử dụng hợp chất được điều chế theo quy trình trong mục 11 trong quy trình nhuộm hoặc quy trình in, ưu tiên là quy trình nhuộm hoặc in chất nền, đặc biệt là chất nền dạng sợi, ưu tiên là chất liệu sợi chứa hoặc làm từ ít nhất một polyamit tự nhiên, ưu tiên là được chọn từ len hoặc tơ, hoặc ít nhất một polyamit tổng hợp, ưu tiên là được chọn từ nylon hoặc các hỗn hợp của chúng.

13. Sử dụng theo mục 12, trong đó hợp chất theo ít nhất một trong số các mục từ 1

đến 10 trên đây, hoặc hợp chất được điều chế theo quy trình trong mục 11, được sử dụng làm thành phần màu xanh da trời trong quy trình in ba màu hoặc nhuộm ba màu.

14. Quy trình nhuộm hoặc in chất nền, trong đó quy trình này là quy trình in ba màu hoặc nhuộm ba màu để tạo ra chất nền chứa màu, trong đó thành phần màu xanh da trời được sử dụng trong quy trình in ba màu hoặc nhuộm ba màu là hợp chất theo ít nhất một trong số các mục từ 1 đến 10 trên đây, hoặc hợp chất được điều chế theo quy trình trong mục 11.

15. Chất nền chứa màu được tạo ra theo quy trình theo mục 14.

Mô tả chi tiết sáng chế

Nhóm SO_3Y trong hợp chất có công thức (I) có thể được gọi là nhóm anion. Nhóm này có khả năng tạo ra nhóm SO_3^- ở dạng anion. Tốt hơn nếu ion trái dấu thích hợp Y^+ là H^+ , hoặc các ion kim loại kiềm như các ion Na^+ và K^+ , hoặc các ion kim loại kiềm thổ như các ion Ca^{2+} và Mg^{2+} , hoặc cation amoniac.

Mặc dù các hợp chất có công thức (I) có thể chứa nhiều hơn một hoặc hai nhóm SO_3Y , tốt hơn nếu các hợp chất này chứa hai nhóm SO_3Y .

Theo một phương án, các nhóm $\text{C}_1\text{-C}_6\text{-alkyl}$ mạch không phân nhánh hoặc các nhóm $\text{C}_3\text{-C}_6\text{-alkyl}$ mạch nhánh trong định nghĩa R^1 , R^2 , R^3 hoặc R^4 , hoặc R^7 , hoặc R^8 và R^9 , hoặc $\text{C}_1\text{-C}_6\text{-alkoxy}$ mạch không phân nhánh hoặc $\text{C}_3\text{-C}_6\text{-alkoxy}$ mạch nhánh trong định nghĩa R^3 và R^4 , hoặc $\text{C}_1\text{-C}_{12}\text{-alkoxy}$ mạch không phân nhánh, hoặc $\text{C}_3\text{-C}_{12}\text{-alkoxy}$ mạch nhánh trong định nghĩa R^7 có thể độc lập với nhau mang một hoặc nhiều phân tử thay thế được chọn từ các nhóm hydroxyl, các nhóm xyano, các nhóm amino, các nhóm nitro, các nhóm halogen hoặc các nhóm aryl, ưu tiên là các nhóm phenyl.

Ưu tiên là, các phân tử thay thế của các nhóm $\text{C}_3\text{-C}_6\text{-alkyl}$ mạch nhánh hoặc các nhóm $\text{C}_1\text{-C}_6\text{-alkyl}$ mạch không phân nhánh và của các nhóm $\text{C}_1\text{-C}_6\text{-alkoxy}$ mạch không phân nhánh hoặc các nhóm $\text{C}_3\text{-C}_6\text{-alkoxy}$ mạch nhánh là các nhóm hydroxyl, các nhóm xyano, các nhóm amino, các nhóm nitro, các nhóm halogen hoặc các nhóm aryl, ưu tiên là các nhóm phenyl.

Metyl, etyl, propyl là các nhóm C_1 - C_3 alkyl được ưu tiên, trong đó metyl và etyl được đặc biệt ưu tiên. Metoxy và etoxy là các nhóm C_1 - C_2 alkoxy được ưu tiên, trong đó metoxy được đặc biệt ưu tiên.

Ưu tiên là, aryl là phenyl hoặc naphtyl.

Theo một phương án, nhóm phenyl trong định nghĩa R^7 có thể được thế bằng một hoặc nhiều trong số các nhóm C_1 - C_4 -alkyl, các nhóm C_1 - C_4 -alkoxy, các nhóm halogen hoặc nitro.

Do đó, như được sử dụng ở đây, các thuật ngữ như “ C_1 - C_6 -alkyl mạch không phân nhánh, C_3 - C_6 -alkyl mạch nhánh, C_1 - C_6 -alkoxy mạch không phân nhánh, C_3 - C_6 -alkoxy mạch nhánh, C_1 - C_{12} -alkoxy mạch không phân nhánh, hoặc C_3 - C_{12} -alkoxy mạch nhánh, phenyl” có nghĩa là gồm cả các nhóm không được thế tương ứng cũng như các nhóm mang các phần tử thay thế được định nghĩa ở đây.

Các hợp chất có công thức (I) trên đây có thể được điều chế bằng các phản ứng kết hợp và diazo hóa thích hợp. Có thể sử dụng điều kiện phản ứng diazo hóa và kết hợp tương tự với điều kiện phản ứng diazo hóa và kết hợp thông thường.

Đối với quá trình diazo hóa, ví dụ, amin cụ thể được làm lạnh xuống $0 - 10\text{ }^{\circ}\text{C}$, ưu tiên là xuống $0 - 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, và được diazo hóa bằng cách bổ sung axit nitrosylsulfuric hoặc natri nitrit. Sau đó, amin được diazo hóa được phản ứng với tác nhân kết hợp tương ứng, ưu tiên là trong dung môi có nước.

Các thuốc nhuộm có công thức (I) có thể được tách ra từ hỗn hợp phản ứng bằng các quy trình thông thường, ví dụ tạo muối với muối kim loại kiềm, lọc và làm khô, nếu thích hợp dưới áp suất thấp và ở nhiệt độ cao.

Tùy thuộc vào điều kiện phản ứng và/hoặc tách, có thể thu được các thuốc nhuộm có công thức (I) ở dạng axit tự do, dạng muối hoặc dạng muối hỗn hợp mà chứa, ví dụ, một hoặc nhiều cation được chọn từ các ion kim loại kiềm, ví dụ ion natri, hoặc ion amoni hoặc cation alkylamoni, ví dụ các cation mono-, di- hoặc trimetyl- hoặc -etylamoni. Thuốc nhuộm này có thể được chuyển hóa bằng các kỹ thuật thông thường từ axit tự do thành muối hoặc thành muối kết hợp hoặc ngược lại hoặc từ một dạng muối

thành dạng khác. Nếu muốn, các thuốc nhuộm này có thể được tinh chế thêm bằng cách lọc thẩm tách, trong đó các muối không mong muốn và các sản phẩm phụ được tách ra từ thuốc nhuộm anion thô.

Việc loại bỏ các muối không mong muốn và các sản phẩm phụ và việc loại bỏ một phần của nước ra khỏi dung dịch thuốc nhuộm thô có thể được thực hiện bằng các phương tiện màng bán thấm bằng cách áp dụng áp suất, nhờ đó thu được thuốc nhuộm không có các muối không mong muốn và các sản phẩm phụ ở dạng dung dịch và, nếu cần, ở dạng rắn như theo cách thông thường.

Các thuốc nhuộm có công thức (I) và các muối của chúng đặc biệt thích hợp để nhuộm hoặc in chất liệu sợi làm từ polyamit tổng hợp hoặc tự nhiên để có tông màu từ tím phớt xanh đến đen. Các thuốc nhuộm có công thức (I) và các muối của chúng thích hợp để sản xuất mực in phun và để sử dụng những mực in phun này để in chất liệu sợi mà làm từ polyamit tổng hợp hoặc tự nhiên hoặc xeluloza (ví dụ giấy).

Do đó, theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất việc sử dụng các thuốc nhuộm có công thức (I), các hỗn hợp và muối của chúng để nhuộm và/hoặc in các chất liệu sợi chứa hoặc làm từ các polyamit tổng hợp hoặc tự nhiên. Một khía cạnh khác là quy trình sản xuất mực in phun và sử dụng chúng để in các chất liệu sợi chứa hoặc làm từ các polyamit tổng hợp hoặc tự nhiên.

Quá trình nhuộm được thực hiện theo các quy trình đã biết. Ưu tiên là nhuộm theo quy trình xả ở nhiệt độ từ 30 đến 140 °C, ưu tiên hơn là từ 80 đến 120 °C, và ưu tiên nhất là ở nhiệt độ từ 80 đến 100 °C, và ở tỷ lệ chất lỏng nằm trong khoảng từ 3:1 đến 40:1.

Chất nền để nhuộm có thể ở dạng, ví dụ, sợi dệt, vải dệt, thảm hoặc vải dệt kim tạo vòng. Thậm chí có thể tạo ra thành phẩm nhuộm hoàn toàn hoàn chỉnh trên các nền mềm mại, như len lông cừu, len casomia, len lông alpaca và vải sợi từ lông dê Angora. Các thuốc nhuộm của sáng chế đặc biệt hữu dụng để nhuộm những sợi có độ mảnh thấp (sợi cỡ micro).

Các thuốc nhuộm theo sáng chế và các muối của chúng có khả năng tương hợp cao với các thuốc nhuộm axit đã biết. Do đó, các thuốc nhuộm có công thức (I), các hỗn hợp hoặc muối của chúng có thể được sử dụng độc lập trong quy trình nhuộm hoặc in hoặc được sử dụng ở dạng một thành phần trong chế phẩm nhuộm hoặc in tông màu kết hợp cùng với các thuốc nhuộm axit khác thuộc cùng nhóm, tức là cùng với các thuốc nhuộm axit có những tính chất về nhuộm tương hợp, ví dụ như tính bền màu và tốc độ xả từ bề nhuộm lên chất nền. Đặc biệt là, các thuốc nhuộm của sáng chế có thể được sử dụng cùng với một số thuốc nhuộm khác nhất định có những nhóm màu thích hợp. Tỷ lệ các thuốc nhuộm có mặt trong chế phẩm nhuộm hoặc in có tông màu kết hợp phụ thuộc vào màu sắc cần thu được.

Các thuốc nhuộm mới có công thức (I), như nêu trên, rất hữu dụng để nhuộm các polyamit tổng hợp và tự nhiên, tức là len, tơ và tất cả các loại nylon, trên mỗi chất liệu này, sản phẩm nhuộm có độ bền màu cao, đặc biệt là độ bền màu với ánh sáng tốt và độ bền màu với ẩm ướt tốt (giặt, mồ hôi kiềm). Các thuốc nhuộm có công thức (I) và các muối của chúng có tốc độ xả cao. Tương tự, các thuốc nhuộm có công thức (I) và muối của chúng có khả năng tích tụ rất tốt. Sản phẩm nhuộm theo tông màu trên các nền xác định có chất lượng rất tốt. Ngoài ra, tất cả các sản phẩm nhuộm có màu sắc không đổi dưới ánh sáng nhân tạo. Hơn nữa, tính bền màu khi giặt lạnh và đun sôi là tốt.

Một ưu điểm nổi bật của các thuốc nhuộm mới này là chúng không chứa kim loại và tạo ra sản phẩm nhuộm rất đồng đều.

Các hợp chất của sáng chế có thể được sử dụng ở dạng thuốc nhuộm riêng rẽ hoặc, do tính tương hợp tốt của chúng, ở dạng thành phần trong tổ hợp với các thuốc nhuộm khác cùng nhóm mà có tính chất về nhuộm tương hợp, ví dụ tính bền màu chung, mức xả, v.v. Các sản phẩm nhuộm kết hợp thu được có tính bền màu tương tự với các sản phẩm nhuộm một màu riêng rẽ.

Các thuốc nhuộm có công thức (I) theo sáng chế cũng có thể được sử dụng ở dạng thành phần màu xanh da trời trong việc in hoặc nhuộm ba màu. Việc in và nhuộm ba màu có thể bằng tất cả các quy trình in và nhuộm đã biết và thông thường ví dụ như quy trình liên tục, quy trình xả, quy trình nhuộm bột và quy trình in phun.

Việc kết hợp các thành phần thuốc nhuộm trong hỗn hợp nhuộm ba màu được sử dụng trong quy trình của sáng chế tùy thuộc vào màu sắc mong muốn. Ví dụ đối với màu nâu thì ưu tiên là sử dụng thành phần màu vàng với lượng 20 - 40% khối lượng, thành phần màu da cam hoặc đỏ với lượng 40 - 60% khối lượng và thành phần màu xanh da trời của sáng chế với lượng 10 - 20% khối lượng.

Thành phần màu xanh da trời có thể, như được mô tả trên đây, là thành phần đơn hoặc hỗn hợp các thành phần màu xanh da trời riêng rẽ khác nhau có công thức (I). Tốt hơn nếu là các tổ hợp hai hoặc ba.

Do đó, sáng chế còn đề xuất chế phẩm nhuộm chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I), ưu tiên là trong đó hợp chất này là thuốc nhuộm màu xanh da trời.

Theo một phương án, chế phẩm còn chứa thuốc nhuộm màu vàng và thuốc nhuộm màu đỏ.

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

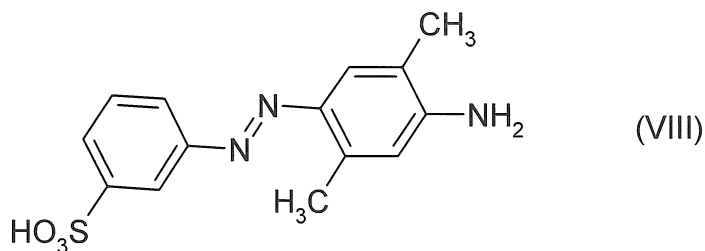
Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ điều chế 1

Cho 34,6 phần axit 1-aminobenzen-3-sulfonic vào hỗn hợp 100 phần nước đá và 25 phần theo thể tích dung dịch axit clohydric nồng độ khoảng 30% và khuấy trong khoảng 30 phút. Sau đó, ở nhiệt độ từ 0 đến 5 °C, cho nhỏ giọt 35 phần theo thể tích dung dịch natri nitrit có nồng độ 40% vào trong 30 phút. Duy trì nhiệt độ ở nhiệt độ từ 0 đến 5 °C trong quá trình bổ sung bằng cách bổ sung nước đá. Sau khi diazo hóa xong, phân hủy natri nitrit dư bằng axit amidosulfonic.

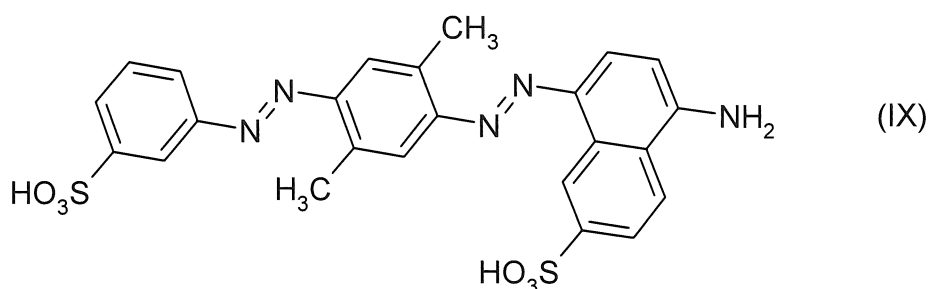
Tạo huyền phù 24,6 phần p-xylylen trong 300 phần nước. Điều chỉnh độ pH của huyền phù đến 9-9,5 bằng natri cacbonat. Sau đó, cho huyền phù diazo vào trong khoảng thời gian 30 phút đồng thời khuấy mạnh. Trong quá trình bổ sung, độ pH được duy trì ở khoảng 9 bằng cách bổ sung dung dịch natri cacbonat có kiểm soát khối lượng.

Sau khi phản ứng kết hợp kết thúc, cho 50 phần theo thể tích dung dịch axit clohydric nồng độ khoảng 30% vào và khuấy trong khoảng 30 phút. Hợp chất có công thức (VIII) thu được

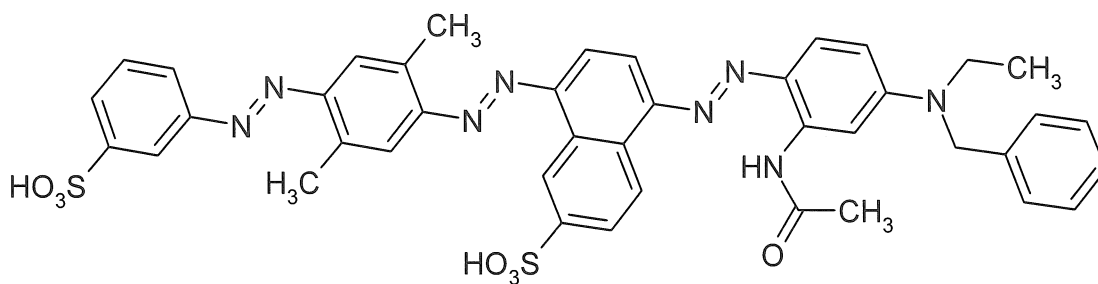


được muối hóa bằng natri clorua, lọc ra và làm khô ở 50 °C bằng áp suất thấp.

Trộn huyền phù chứa 44,7 phần axit 1-aminonaphtalen-6-sulfonic trong 250 phần nước với dung dịch muối diazoni được điều chế theo cách thông thường từ 44,7 phần hợp chất amino azo có công thức (VIII) và 56,5 phần theo thể tích dung dịch natri nitrit 40% ở nhiệt độ từ 0 đến 5 °C. Sau khi phản ứng kết hợp kết thúc, thuốc nhuộm amino có công thức (IX) thu được



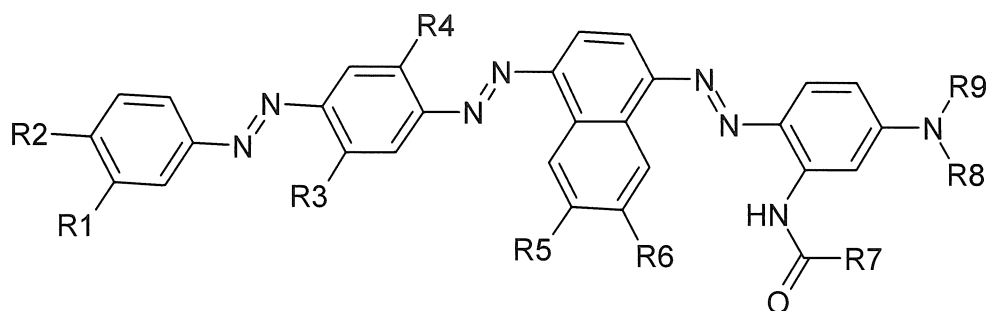
được để trong huyền phù và diazo hóa lại lần nữa như được mô tả trên đây. Dung dịch muối diazoni thu được được bổ sung trong khoảng 30 phút vào dung dịch 59,0 phần 3-N-etyl-N-benzylamino-1-metylbenzen trong 150 phần theo thể tích nước, đồng thời khuấy. Trong quá trình bổ sung, độ pH được duy trì giữa 4 và 4,5 bằng cách bổ sung dung dịch natri cacbonat có kiểm soát khối lượng. Sau khi phản ứng kết hợp kết thúc, điều chỉnh độ pH đến khoảng 7,5 và thuốc nhuộm thu được có công thức dưới đây



được muối hóa bằng natri clorua, lọc ra và làm khô ở 50 °C ở áp suất giảm. Đối với len và đặc biệt là sợi polyamit, thu được những sản phẩm nhuộm màu xanh da trời có tính chất bền màu với ánh sáng và với ẩm ướt tốt ($\lambda_{\text{tối đa}}$) ($\lambda_{\text{tối đa}} = 596 \text{ nm}$).

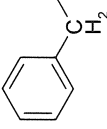
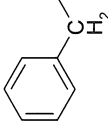
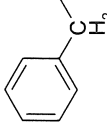
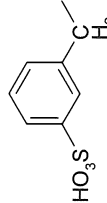
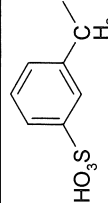
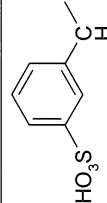
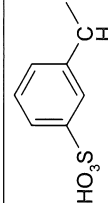
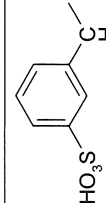
Các ví dụ điều chế từ 2 đến 100

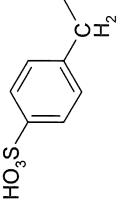
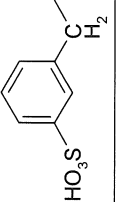
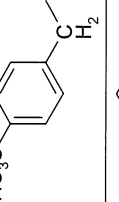
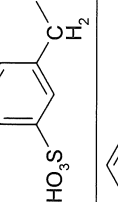
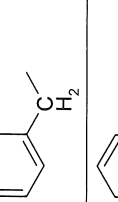
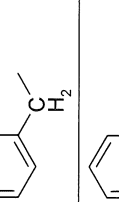
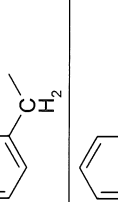
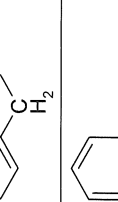
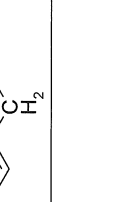
Bảng dưới đây nêu các thuốc nhuộm có công thức chung (I) được điều chế theo phương pháp tương tự với phương pháp trong Ví dụ điều chế 1 bằng cách sử dụng các nguyên liệu ban đầu tương ứng. Các thuốc nhuộm này tạo ra các sản phẩm nhuộm màu xanh da trời trên sợi polyamit và len với độ bền màu với ánh sáng và với ẩm ướt tốt.

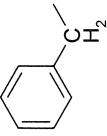
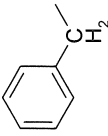
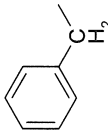
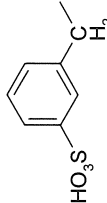
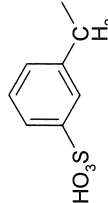
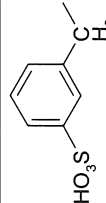
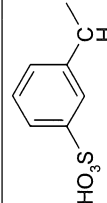
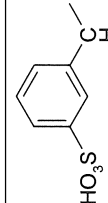
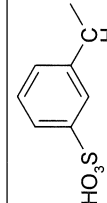


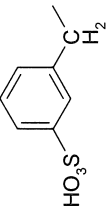
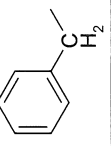
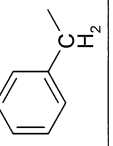
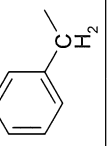
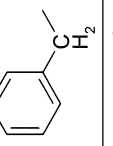
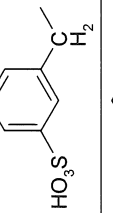
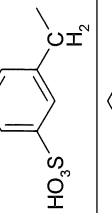
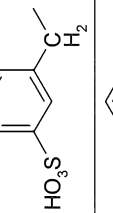
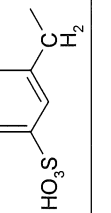
(I)

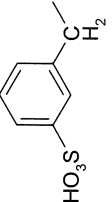
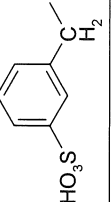
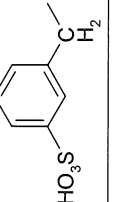
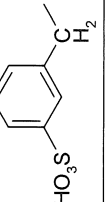
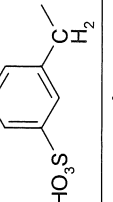
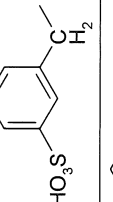
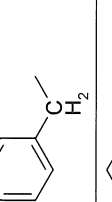
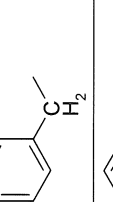
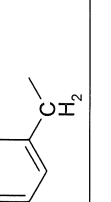
Bảng

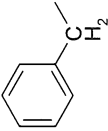
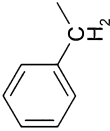
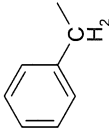
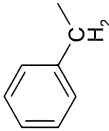
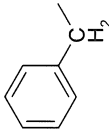
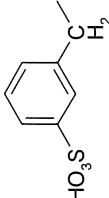
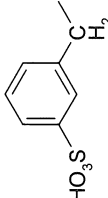
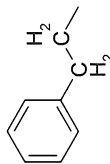
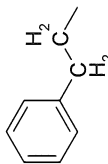
Ví dụ	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇	R ₈	R ₉	$\lambda_{\text{tối đa}}$
2	-SO ₃ H	H	Me	Me	H	-SO ₃ H	Me		Et	596
3	H	-SO ₃ H	Me	Me	H	-SO ₃ H	Me		Et	58
4	H	-SO ₃ H	Me	Me	-SO ₃ H	H	Me		Et	594
5	H	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	H	-SO ₃ H	Me		Et	594
6	H	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	-SO ₃ H	H	Me		Et	595
7	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	H	Me	Me	H	-SO ₃ H	Me		Et	597
8	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	H	Me	Me	-SO ₃ H	H	Et		Et	595
9	-SO ₃ H	H	Me	Me	H	H	Et		Et	594

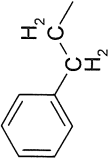
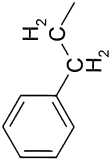
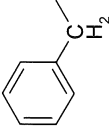
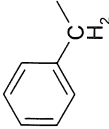
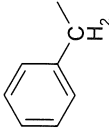
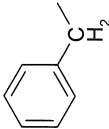
10	-SO ₃ H	H	Me	Me	H	H	Et		Et	589
11	H	-SO ₃ H	Me	Me	H	H	NH ₂		Et	588
12	H	-SO ₃ H	Me	Me	H	H	NH ₂		Et	597
13	-SO ₃ H	H	Me	Me	H	H	NH ₂		Et	596
14	-SO ₃ H	H	Me	Me	H	-SO ₃ H	Me		Me	591
15	-SO ₃ H	H	Me	Me	-SO ₃ H	H	Me		Me	598
16	H	-SO ₃ H	H	H	H	-SO ₃ H	Me		Et	596
17	H	-SO ₃ H	H	H	-SO ₃ H	H	Me		Et	589
18	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	-SO ₃ H	H	Me		Et	588

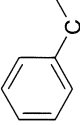
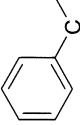
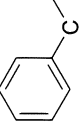
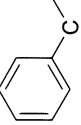
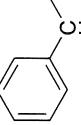
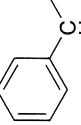
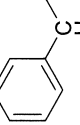
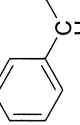
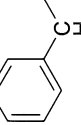
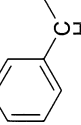
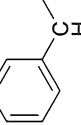
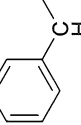
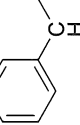
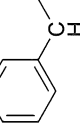
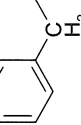
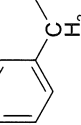
19	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	-SO ₃ H	H	NH ₂		Et	588
20	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	H	-SO ₃ H	Me		Et	594
21	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	H	-SO ₃ H	NH ₂		Et	596
22	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	-SO ₃ H	H	Me		Et	587
23	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	-SO ₃ H	H	NH ₂		Et	589
24	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	H	-SO ₃ H	Me		Et	589
25	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	H	-SO ₃ H	NH ₂		Et	587
26	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	-SO ₃ H	H	Me		Me	591
27	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	-SO ₃ H	H	NH ₂		Me	591

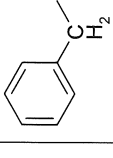
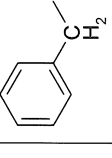
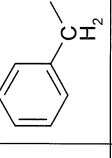
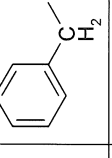
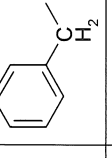
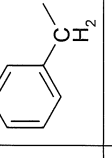
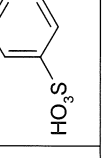
28	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	H	-SO ₃ H	Me		Me		592
29	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	-OMe	-SO ₃ H	H	Me		Et		599
30	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	-OMe	-SO ₃ H	H	Et		Et		598
31	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	-OMe	H	-SO ₃ H	Me		Et		598
32	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	-OMe	H	-SO ₃ H	NH ₂		Et		597
33	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	-OMe	-SO ₃ H	H	Me		Et		594
34	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	-OMe	-SO ₃ H	H	NH ₂		Et		592
35	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	-OMe	H	-SO ₃ H	Me		Et		589
36	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	-OMe	H	-SO ₃ H	NH ₂		Et		591

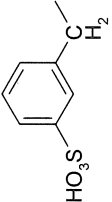
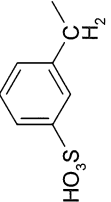
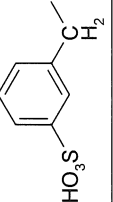
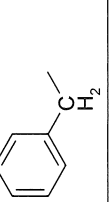
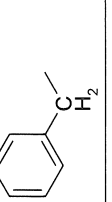
37	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-OMe	-OMe	-SO ₃ H	H	Me		Et	591
38	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-OMe	-OMe	-SO ₃ H	H	NH ₂		Et	589
39	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-OMe	-OMe	H	-SO ₃ H	Me		Et	591
40	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-OMe	-OMe	H	-SO ₃ H	NH ₂		Et	588
41	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-OMe	-OMe	-SO ₃ H	H	Me		Me	596
42	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-OMe	-OMe	H	-SO ₃ H	Me		Me	592
43	-SO ₃ H	H	Me	-OMe	H	-SO ₃ H	Me		Et	588
44	-SO ₃ H	H	Me	-OMe	-SO ₃ H	H	Me		Et	590
45	H	-SO ₃ H	Me	-OMe	H	-SO ₃ H	Me		Et	590

46	H	-SO ₃ H	Me	-OMe	-SO ₃ H	H	Me		Et	588
47	-SO ₃ H	H	-OMe	-OMe	H	-SO ₃ H	Me		Et	591
48	-SO ₃ H	H	-OMe	-OMe	-SO ₃ H	H	Me		Et	589
49	H	-SO ₃ H	-OMe	-OMe	H	-SO ₃ H	Me		Et	592
50	H	-SO ₃ H	-OMe	-OMe	-SO ₃ H	H	Me		Et	596
51	H	-SO ₃ H	Me	-OMe	H	H	Me		Et	590
52	H	-SO ₃ H	-OMe	-OMe	H	H	Me		Et	588
53	-SO ₃ H	H	Me	Me	H	-SO ₃ H	Me		Et	586
54	H	-SO ₃ H	Me	Me	H	-SO ₃ H	Me		Et	589

55	H		-SO ₃ H	Me	Me	-SO ₃ H	H	Me			Me			Et	588
56	-SO ₃ H		H	Me	Me		H	Me			Me			Et	595
57	-SO ₃ H		H	Me	Me		H	Me			NH ₂			Et	594
58	H		-SO ₃ H	Me	Me		H	Me			NH ₂			Et	589
59	H		-SO ₃ H	Me	Me		-SO ₃ H	Me			NH ₂			Et	592
60	-SO ₃ H		H	Me	Me		-SO ₃ H	Me			NH ₂			Et	596
61	-SO ₃ H		H	Me	Me		H	Me		Et	Me	-SO ₃ H		Et	596
62	H		-SO ₃ H	Me	Me		H	Me		Et	Me	-SO ₃ H		Et	588
63	H		-SO ₃ H	Me	Me		-SO ₃ H	Me		-CH ₂ CH ₂ CN	Me			Et	594
64	-SO ₃ H		H	Me	Me		H	Me		-CH ₂ CH ₂ CN	Me			-CH ₂ CH ₂ CN	598
65	-SO ₃ H		H	Me	Me		H	Me		-CH ₂ CH ₂ CN	Me			-CH ₂ CH ₂ OH	597
66	-SO ₃ H		H	Me	Me		H	Me		-CH ₂ CH ₂ OH	Me			-CH ₂ CH ₂ OH	592
67	H		-SO ₃ H	Me	Me		H	Me		-CH ₂ CH ₂ CN	Me			-CH ₂ CH ₂ OH	597
68	-SO ₃ H		H	Me	Me		H	Me		-CH ₂ CH ₂ CN	NH ₂			-CH ₂ CH ₂ OH	592
69	H		-SO ₃ H	Me	Me		H	Me		-CH ₂ CH ₂ OH	NH ₂			-CH ₂ CH ₂ OH	596

70	-SO ₃ H	H	Me	Me	H	-SO ₃ H	Et			593
71	H	-SO ₃ H	Me	Me	H	-SO ₃ H	Me			587
72	-SO ₃ H	H	Me	Me	H	-SO ₃ H	n-Bu			592
73	H	-SO ₃ H	Me	Me	H	-SO ₃ H	Ph			593
74	H	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	H	-SO ₃ H	Ph			592
75	H	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	-SO ₃ H	H	Me			590
76	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	H	Me	Me	H	-SO ₃ H	Me			593
77	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	H	Me	Me	-SO ₃ H	H	Me			589
78	-SO ₃ H	H	Me	Me	H	-SO ₃ H	i-Pr	-C ₄ H ₉	-C ₄ H ₉	589
79	H	-SO ₃ H	Me	Me	H	-SO ₃ H	NH ₂	-C ₄ H ₉	-C ₄ H ₉	589
80	H	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	H	-SO ₃ H	Me	-C ₄ H ₉	-C ₄ H ₉	590
81	H	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	-SO ₃ H	H	Me	-C ₄ H ₉	-C ₄ H ₉	588
82	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	H	Me	Me	H	-SO ₃ H	Me	-C ₄ H ₉	-C ₄ H ₉	589

83	-SO ₃ H	H	Me	Me	Me	H	H	H	Me	-C ₆ H ₁₃	-C ₆ H ₁₃	590
84	H	-SO ₃ H	Me	Me	Me	H	H	H	Me	-C ₆ H ₁₃	-C ₆ H ₁₃	586
85	H	-SO ₃ H	Me	Me	Me	H	H	H	Me	-C ₆ H ₁₃	-C ₆ H ₁₃	597
86	-SO ₃ H	H	Me	Me	Me	H	H	H	NH ₂	-C ₆ H ₁₃	-C ₆ H ₁₃	595
87	-SO ₃ H	H	Me	Me	Me	H	H	-SO ₃ H	Me	-C ₆ H ₁₃	-C ₆ H ₁₃	590
88	-SO ₃ H	H	Me	Me	Me	-SO ₃ H	-SO ₃ H	H	Me	-C ₆ H ₁₃	-C ₆ H ₁₃	597
89	H	-SO ₃ H	H	H	H	H	H	-SO ₃ H	Me		-C ₆ H ₁₃	595
90	H	-SO ₃ H	H	H	-SO ₃ H	H	H	-SO ₃ H	Me		-C ₆ H ₁₃	586
91	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	Me	-SO ₃ H	H	H	Me		-C ₆ H ₁₃	590
92	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	Me	-SO ₃ H	H	H	n-Bu		-C ₆ H ₁₃	593
93	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	Me	H	-SO ₃ H	-SO ₃ H	Me		-C ₄ H ₉	594
94	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	Me	H	-SO ₃ H	-SO ₃ H	n-Pr		-C ₄ H ₉	593
95	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	Me	-SO ₃ H	H	H	Me		-C ₄ H ₉	588

96	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	-SO ₃ H	H	NH ₂		-C ₄ H ₉	586
97	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	H	-SO ₃ H	Me		-C ₄ H ₉	589
98	-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OH	-NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	Me	Me	H	-SO ₃ H	NH ₂		-C ₄ H ₉	588
99	H	-SO ₃ H	H	H	H	-SO ₃ H	NH ₂		-C ₆ H ₁₃	595
100	H	-SO ₃ H	H	H	-SO ₃ H	H	NH ₂		-C ₆ H ₁₃	596

Ví dụ ứng dụng A

Cho 100 phần vải nylon-6 vào bể nhuộm ở 40 °C, gồm có 2000 phần nước, 1 phần tác nhân làm đều màu hoạt tính cation yếu, tác nhân này được dựa trên amit axit béo aminopropyl được etoxyl hóa và có ái lực với thuốc nhuộm, 0,25 phần thuốc nhuộm của Ví dụ điều chế 1 và được điều chỉnh đến pH bằng 5 bằng 1-2 phần axit axetic 40% trong nước. Sau 10 phút ở 40 °C, gia nhiệt bể nhuộm đến 98 °C với tốc độ 1 °C trên phút và sau đó để ở nhiệt độ sôi trong 45-60 phút. Sau đó làm lạnh xuống 70 °C trong khoảng thời gian 15 phút. Sản phẩm nhuộm được lấy ra khỏi bể nhuộm, rửa bằng nước nóng, sau đó là nước lạnh và làm khô. Sản phẩm thu được là sản phẩm nhuộm polyamit màu xanh da trời có tính bền màu với ánh sáng và ẩm ướt tốt.

Ví dụ ứng dụng B

Cho 100 phần vải nylon-6,6 vào bể nhuộm ở 40 °C, gồm có 2000 phần nước, 1 phần tác nhân làm đều màu hoạt tính cation yếu, tác nhân này được dựa trên amit axit béo aminopropyl được etoxyl hóa và có ái lực với thuốc nhuộm, 0,3 phần thuốc nhuộm của Ví dụ điều chế 1 và điều chỉnh độ pH đến 5,5 bằng 1-2 phần axit axetic 40%. Sau 10 phút ở 40 °C, gia nhiệt bể nhuộm đến 120 °C với tốc độ 1,5 °C trên phút và sau đó để ở nhiệt độ này trong 15-25 phút. Sau đó làm nguội xuống 70 °C trong khoảng thời gian 25 phút. Sản phẩm nhuộm được lấy ra khỏi bể nhuộm, rửa bằng nước nóng, sau đó là nước lạnh và làm khô. Sản phẩm thu được là sản phẩm nhuộm polyamit màu xanh da trời có mức độ nhuộm tốt và có tính bền màu với ẩm ướt và tính bền màu với ánh sáng tốt.

Ví dụ ứng dụng C

Cho 100 phần vải len vào bể nhuộm ở 40 °C, gồm có 4000 phần nước, 1 phần tác nhân làm đều màu lưỡng tính yếu, tác nhân này được dựa trên amit axit béo được sulfat hóa và etoxyl hóa và có ái lực với thuốc nhuộm, 0,4 phần thuốc nhuộm của Ví dụ điều chế 1 và điều chỉnh độ pH đến 5 bằng 1-2 phần axit axetic 40%. Sau 10 phút ở 40 °C, gia nhiệt bể nhuộm đến nhiệt độ sôi với tốc độ 1 °C trên phút và sau đó để ở nhiệt độ sôi trong 40-60 phút. Sau đó làm lạnh xuống 70 °C trong khoảng thời gian 20 phút. Sản phẩm nhuộm được lấy ra khỏi bể nhuộm, rửa bằng nước nóng, sau đó là nước lạnh và

làm khô. Sản phẩm thu được là sản phẩm nhuộm len màu xanh da trời có tính bền màu với ẩm ướt và tính bền màu với ánh sáng tốt.

Ví dụ ứng dụng D

100 phần vật liệu nylon-6 được dệt được phết dịch lỏng ở 50 °C bao gồm
40 phần thuốc nhuộm của Ví dụ điều chế 1,
100 phần ure,
20 phần chất làm hòa tan không ion trên cơ sở butyldiglycol,
15-20 phần axit axetic (điều chỉnh đến độ pH bằng 4),
10 phần tác nhân làm đều màu hoạt tính cation yếu, tác nhân này được dựa trên amit axit béo aminopropyl được etoxyl hóa và có ái lực với thuốc nhuộm, và
810-815 phần nước (để tạo thành 1000 phần dịch lỏng phết).

Vật liệu được thấm như vậy được cuộn lại và giữ trong buồng hơi trong điều kiện hơi bão hòa ở 85-98 °C trong 3-6 giờ để cố định. Sau đó, rửa sản phẩm nhuộm bằng nước nóng và nước lạnh và làm khô. Sản phẩm thu được là sản phẩm nhuộm nylon màu xanh da trời có mức độ nhuộm tốt trong mẫu thử nghiệm và tính bền màu với ẩm ướt và tính bền màu với ánh sáng tốt.

Ví dụ ứng dụng E

Vật liệu vải cắt dạng tấm xếp chồng làm từ nylon-6 và có vải nền tổng hợp được phết dịch lỏng chứa trên 1000 phần

- 1 phần thuốc nhuộm của Ví dụ điều chế 1
- 4 phần chất làm đặc có bán trên thị trường được dựa trên ete bột hạt carob
- 2 phần sản phẩm cộng etylen oxit không ion của alkylphenol cao hơn
- 1 phần axit axetic 60%.

Sau đó, in bằng hồ chứa các thành phần sau trên 1000 phần:

20 phần alkylamin béo được alkoxyl hóa có bán trên thị trường

20 phần chất làm đặc có bán trên thị trường được dựa trên ete bột hạt carob.

Sản phẩm in được cố định trong 6 phút trong hơi bão hòa ở 100 °C, sau đó rửa và làm khô. Sản phẩm thu được là vật liệu được phủ màu đồng đều có họa tiết màu trắng và màu xanh da trời.

Ví dụ ứng dụng F

Cho 100 phần vải nylon-6,6 được dệt vào bể nhuộm ở 40 °C gồm có 2000 phần nước, 1 phần tác nhân làm đều màu hoạt tính cation yếu, tác nhân này được dựa trên amit axit béo aminopropyl được etoxyl hóa và có ái lực với thuốc nhuộm, 0,2 phần thuốc nhuộm màu đỏ của Ví dụ 8 của WO2002/46318, 1,5 phần chế phẩm có bán trên thị trường C.I. Acid Yellow 236 (Nylosan Yellow F-L) và 0,5 phần thuốc nhuộm màu xanh da trời của Ví dụ điều chế 1 được điều chỉnh đến độ pH bằng 5 bằng 1-2 phần axit axetic 40%. Sau 10 phút ở 40 °C, gia nhiệt bể nhuộm đến 98 °C với tốc độ 1 °C trên phút và sau đó để ở nhiệt độ sôi trong khoảng thời gian từ 45 đến 60 phút. Sau đó, làm nguội xuống 70 °C trong khoảng thời gian 15 phút. Sản phẩm nhuộm được lấy ra khỏi bể nhuộm, rửa bằng nước nóng, sau đó là nước lạnh và làm khô. Sản phẩm thu được là sản phẩm nhuộm polyamit màu xám đồng nhất có tính bền màu với ẩm ướt và tính bền màu với ánh sáng tốt.

Các ví dụ ứng dụng từ A đến F được thực hiện với các thuốc nhuộm của các Ví dụ điều chế từ 2 đến 100 cho kết quả tốt như nhau.

Ví dụ ứng dụng G

Hòa tan 3 phần thuốc nhuộm của Ví dụ điều chế 3 trong 82 phần nước được khử khoáng và 15 phần dietylen glycol ở 60 °C. Làm nguội xuống nhiệt độ trong phòng, thu được mực in màu xanh da trời, mực này rất thích hợp để in phun lên giấy hoặc vải polyamit và vải len.

Ví dụ ứng dụng G cũng được thực hiện với các thuốc nhuộm của các Ví dụ điều chế 1, 2 và từ 4 đến 100 cho kết quả tốt như nhau.

Ví dụ ứng dụng H

Gia nhiệt bể nhuộm gồm có 1000 phần nước, 80 phần muối Glauber được nung, 1 phần natri nitrobenzen-3-sulfonat và 1 phần thuốc nhuộm của Ví dụ điều chế 1 đến 80 °C trong 10 phút. Sau đó, cho 100 phần bông đã chuội. Sau đó, nhuộm ở 80 °C trong 5 phút và sau đó gia nhiệt đến 95 °C trong 15 phút. Sau 10 phút ở 95 °C, cho 3 phần natri cacbonat vào, sau đó thêm 7 phần natri cacbonat sau 20 phút và 10 phần natri cacbonat nữa sau 30 phút ở 95 °C. Sau đó, tiếp tục nhuộm ở 95 °C trong 60 phút. Sau đó, lấy vật liệu được nhuộm ra khỏi bể nhuộm và rửa bằng nước được khử khoáng trong 3 phút. Sau đó, rửa hai lần trong 10 phút bằng 5000 phần nước sôi được khử khoáng và sau đó bằng nước được khử khoáng ở 60 °C trong 3 phút và bằng nước máy lạnh trong một phút. Làm khô, thu được sản phẩm nhuộm bông màu xanh da trời sáng có tính bền màu với ẩm ướt tốt.

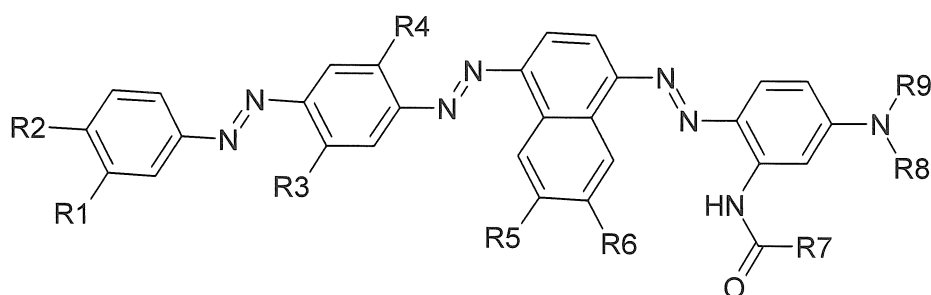
Ví dụ ứng dụng J

Hòa tan 0,2 phần thuốc nhuộm của Ví dụ điều chế 1 trong 100 phần nước nóng và làm nguội dung dịch xuống nhiệt độ trong phòng. Cho dung dịch này vào 100 phần bột giấy sulfite được tẩy trắng bằng hóa chất được làm vụn trong 2000 phần nước trong một máy đập. Sau 15 phút trộn, sản phẩm này được hồ bằng hồ nhựa và nhôm sulfat theo cách thông thường. Giấy được sản xuất từ sản phẩm này có tông màu xanh da trời với tính bền màu với ẩm ướt tốt.

Các ví dụ ứng dụng H và J cũng được thực hiện với các thuốc nhuộm của các Ví dụ điều chế từ 2 đến 100 cho kết quả tốt như nhau.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hợp chất có công thức (I):



(I)

trong đó

R¹ là hydro, C₁-C₆-alkyl mạch không phân nhánh hoặc C₃-C₆-alkyl mạch nhánh, hoặc SO₃Y, hoặc SO₂CH₂CH₂OH,

R² là hydro, C₁-C₆-alkyl mạch không phân nhánh hoặc C₃-C₆-alkyl mạch nhánh, SO₃Y, hoặc SO₂CH₂CH₂OH, hoặc -NHCH₂CH₂OH,

R³ và R⁴ độc lập với nhau là hydro, C₁-C₆-alkyl mạch không phân nhánh hoặc C₃-C₆-alkyl mạch nhánh, C₁-C₆-alkoxy mạch không phân nhánh hoặc C₃-C₆-alkoxy mạch nhánh,

R⁵ là hydro hoặc SO₃Y,

R⁶ là hydro hoặc SO₃Y,

R⁷ là hydro, C₁-C₆-alkyl mạch không phân nhánh hoặc C₃-C₆-alkyl mạch nhánh, phenyl, hoặc C₁-C₁₂-alkoxy mạch không phân nhánh, hoặc C₃-C₁₂-alkoxy mạch nhánh, hoặc NH₂,

R⁸ và R⁹ độc lập với nhau là C₁-C₆-alkyl mạch không phân nhánh hoặc C₃-C₆-alkyl mạch nhánh, hoặc aryl, hoặc -(CH₂)_n-aryl với n = 1, 2, 3 hoặc 4;

trong đó Y là H⁺ hoặc cation kim loại kiềm, ưu tiên là Na⁺ hoặc K⁺; và

trong đó hợp chất có công thức (I) chứa ít nhất một nhóm SO₃Y.

2. Hợp chất theo điểm 1, trong đó hợp chất có công thức (I) chứa ít nhất một nhóm SO_3Y .
3. Hợp chất theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó hợp chất có công thức (I) chứa hai hoặc ba nhóm SO_3Y .
4. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó hợp chất có công thức (I) chứa hai nhóm SO_3Y .
5. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó R^1 là hydro hoặc SO_3Y , hoặc $\text{SO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$.
6. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó R^2 là hydro, SO_3Y , hoặc $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$.
7. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó R^3 và R^4 độc lập với nhau là hydro, hoặc $\text{C}_1\text{-C}_4\text{-alkyl}$ mạch không phân nhánh, hoặc $\text{C}_3\text{-C}_4\text{-alkyl}$ mạch nhánh.
8. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó R^7 là hydro, hoặc NH_2 , hoặc $\text{C}_1\text{-C}_4\text{-alkyl}$ mạch không phân nhánh, hoặc $\text{C}_3\text{-C}_4\text{-alkyl}$ mạch nhánh.
9. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó R^7 là methyl hoặc ethyl.
10. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó R^8 là $-(\text{CH}_2)_n\text{-phenyl}$, trong đó $n = 1, 2, 3$ hoặc 4; hoặc $-(\text{CH}_2)_n\text{-naphthyl}$, trong đó $n = 1, 2, 3$ hoặc 4.
11. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó R^8 là nhóm $-(\text{CH}_2)_{1-2}\text{-phenyl}$, hoặc nhóm $-(\text{CH}_2)_{1-2}\text{-phenyl}$, trong đó nhóm phenyl được thế bằng một nhóm SO_3Y hoặc bằng một nhóm nitro.
12. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, trong đó R^9 là $\text{C}_1\text{-C}_4\text{-alkyl}$ mạch không phân nhánh, hoặc $\text{C}_3\text{-C}_4\text{-alkyl}$ mạch nhánh.
13. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12, trong đó

R^1 là hydro hoặc SO_3Y hoặc $SO_2CH_2CH_2OH$;

R^2 là hydro, SO_3Y , hoặc $SO_2CH_2CH_2OH$ hoặc $-NHCH_2CH_2OH$;

R^3 và R^4 độc lập với nhau là hydro, metyl hoặc metoxy;

R^5 là hydro hoặc SO_3Y ;

R^6 là hydro hoặc SO_3Y ;

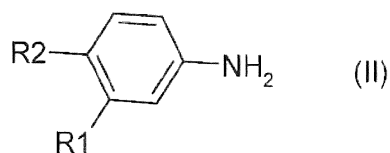
R^7 là hydro hoặc metyl;

R^8 là $-(CH_2)_n$ -phenyl hoặc $-(CH_2)_n$ -phenyl được thế bằng SO_3Y , trong đó $n = 1, 2$;

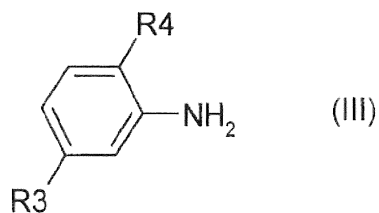
R^9 là metyl hoặc etyl;

với điều kiện là cả R^5 và R^6 không đồng thời là SO_3Y .

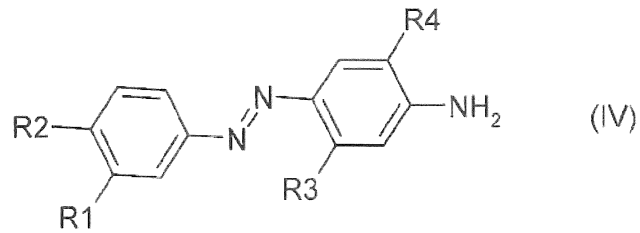
14. Quy trình điều chế hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13, trong đó quy trình này bao gồm việc diazo hóa và kết hợp hợp chất có công thức (II)



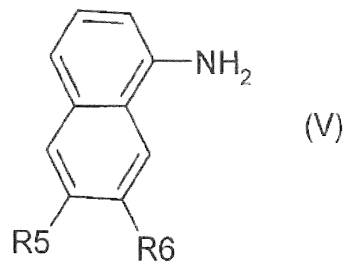
với một đương lượng hợp chất có công thức (III),



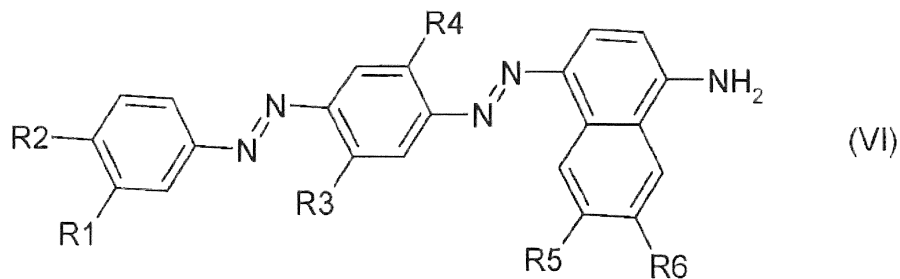
diazo hóa và kết hợp amin có công thức (IV) thu được



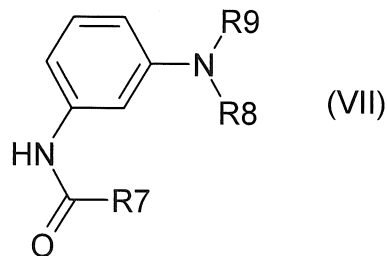
với một đương lượng hợp chất có công thức (V)



và diazo hóa và kết hợp amin có công thức (VI) thu được



với một đương lượng hợp chất có công thức (VII)



trong đó mỗi gốc từ R¹ đến R⁹ là như được xác định trong ít nhất một trong số các điểm từ 1 đến 13.

15. Chế phẩm nhuộm chứa ít nhất một hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ

1 đến 13.

16. Chế phẩm nhuộm theo điểm 15, trong đó chế phẩm này còn chứa thuốc nhuộm màu đỏ và thuốc nhuộm màu vàng.