



(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)



1-0049386

(51)^{2021.01} C09B 29/08; C09B 67/22; C09B 57/00; (13) B
C09B 29/09; C09B 29/40

(21) 1-2022-06542

(22) 16/03/2021

(86) PCT/JP2021/010477 16/03/2021

(87) WO 2021/187446 23/09/2021

(30) 2020-046822 17/03/2020 JP

(45) 25/08/2025 449

(43) 26/12/2022 417A

(73) 1. UNIVERSITY OF FUKUI (JP)

3-9-1 Bunkyo, Fukui-shi, Fukui 9108507, JAPAN

2. KANAZAWA INSTITUTE OF TECHNOLOGY (JP)

7-1 Ohgigaoka, Nonoichi-shi, Ishikawa 9218501, JAPAN

3. Kiwa Chemical Industry Co., Ltd. (JP)

33, Minamitanabe-cho, Wakayama-shi, Wakayama 6408254, JAPAN

(72) Teruo HORI (JP); Keisuke MIYAZAKI (JP); Toshiaki MATSUMOTO (JP); Itsuki KOBAYASHI (JP); Ryoji SUGIMURA (JP).

(74) Công ty Cổ phần Hỗ trợ phát triển công nghệ Detech (DETECH)

(54) THUỐC NHUỘM VÀ PHƯƠNG PHÁP NHUỘM ĐỂ NHUỘM BẰNG CÁCH SỬ DỤNG CACBON ĐIOXIT SIÊU TỐI HẠN

(21) 1-2022-06542

(57) Sáng chế đề cập đến thuốc nhuộm để nhuộm sợi polyolefin với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn, có thể được sử dụng để nhuộm sợi polyolefin với nhiều màu sắc khác nhau thông qua quá trình nhuộm nồng độ cao và có thể đạt được độ bền màu vượt trội có độ bền với ánh sáng, sự thăng hoa, sự giặt sạch, và tương tự trong các sản phẩm nhuộm, cũng như phương pháp nhuộm để nhuộm sợi polyolefin với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn, và sợi polyolefin được nhuộm bằng phương pháp nhuộm. Sáng chế đề xuất thuốc nhuộm để nhuộm sợi polyolefin với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn chứa ít nhất một hợp chất trong số các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A) đến (G), phương pháp nhuộm để nhuộm sợi polyolefin bằng cách sử dụng thuốc nhuộm với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn, và sợi polyolefin được nhuộm bằng phương pháp nhuộm.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến thuốc nhuộm để nhuộm sợi polyolefin với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn, phương pháp nhuộm để nhuộm sợi polyolefin với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn, và sợi polyolefin được nhuộm bằng phương pháp nhuộm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhựa trên cơ sở polyolefin như nhựa polypropylen và nhựa polyetylen là loại nhựa nhiệt dẻo kết tinh, và có các đặc tính vượt trội như rẻ tiền, dễ gia công, độ bền cao, độ bền hóa học cao, độ chống xước cao, độ bền uốn cao, trọng lượng nhẹ, khả năng hấp thụ độ ẩm thấp, độ dẫn nhiệt thấp và các đặc tính chống tĩnh điện cao.

Mặt khác, nhựa trên cơ sở polyolefin là các hợp chất cao phân tử mà các chuỗi chính và chuỗi phụ của chúng đều bao gồm các hydrocacbon, và do đó việc nhuộm ở nồng độ cao và độ bền cao của chúng được coi là rất khó vì các lý do là ái lực của chúng đối với các hợp chất thuốc nhuộm thông thường và tính tương hợp với các hợp chất thuốc nhuộm thông thường thấp, chúng không có các nhóm chức có hiệu quả với các phản ứng hóa học, v.v...

Do đó, hầu hết các nhựa trên cơ sở polyolefin có màu có sẵn trên thị trường hiện nay thu được bằng cách thêm chất màu vào các viên polyme hoặc loại tương tự ở một công đoạn sản xuất nhất định, và sau đó được kéo thành sợi hoặc đúc thành hình dạng mong muốn.

Trong phương pháp tạo màu này, cần xác định màu ở giai đoạn đầu của quá trình sản xuất sản phẩm nhựa. Nếu tính đến lợi nhuận, cũng cần sản xuất một lượng sản phẩm nhất định hoặc lớn hơn cho mỗi màu, điều này dẫn đến việc hạn chế về sự thoải mái lựa chọn màu.

Hơn nữa, nếu màu của sản phẩm nhựa bị thay đổi, cần thực hiện bước thay thế hạt nhựa màu của màu trước đó vẫn còn trong thiết bị sản xuất sản phẩm nhựa bằng hạt nhựa màu của màu tiếp theo. Bước này đặt ra vấn đề là một lượng lớn nhựa bị lãng phí, thời gian và năng lượng bị lãng phí.

Như được mô tả trong Tài liệu phi sáng chế 1, nhựa polypropylen và nhựa polyetylen được bao gồm trong bốn loại nhựa tổng hợp đa năng chính cùng với nhựa polyvinyl clorua và nhựa polystyren, và được sử dụng trong nhiều lĩnh vực.

Tuy nhiên, có những hạn chế đáng kể đối với các ứng dụng của sợi tổng hợp được làm từ nhựa polypropylen hoặc nhựa polyetylen.

Các lý do có thể hình dung được cho điều này là, ví dụ, nhuộm nồng độ cao và độ bền cao của các sợi nhựa polypropylen và các sợi nhựa polyetylen là rất khó như đã đề cập ở trên, không thể tránh được việc tăng độ mịn của sợi đơn khi sử dụng phương pháp nhuộm quay trong đó sử dụng chất màu, đây là phương pháp tạo màu hiệu quả duy nhất, và sự thoải mái lựa chọn màu bị hạn chế.

Một nỗ lực đã được thực hiện để thay đổi cấu trúc phân tử của thuốc nhuộm để cho phép nhuộm nước các sợi nhựa trên cơ sở polyolefin. Cụ thể, các tài liệu sáng chế từ 1 đến 5 đề xuất thuốc nhuộm để nhuộm các sợi nhựa trên cơ sở polyolefin.

Tài liệu sáng chế 1 mô tả các ví dụ sản xuất thuốc nhuộm màu đỏ và thuốc

nhuộm màu tím thu được bằng cách đưa vào thuốc nhuộm trên cơ sở anthraquinon, nhóm phenoxy có nhóm alkyl hoặc nhóm xycloalkyl có từ 3 đến 12 nguyên tử cacbon làm nhóm thế và ví dụ về nhuộm các sợi nhựa polypropylen bằng cách sử dụng các thuốc nhuộm này.

Tuy nhiên, rất khó để thực hiện nhuộm ở nồng độ cao các sợi nhựa trên cơ sở polyolefin sử dụng thuốc nhuộm màu đỏ trên cơ sở anthraquinon hoặc thuốc nhuộm màu tím trên cơ sở anthraquinon. Hơn nữa, liên quan đến cách thức thuốc nhuộm được sử dụng trong việc nhuộm, Tài liệu sáng chế 1 nêu rõ rằng thuốc nhuộm màu đỏ trên cơ sở anthraquinon được hòa tan trong rượu hoặc axeton, là một dung môi hữu cơ, trước khi sử dụng. Rất khó để nói rằng phương pháp nhuộm này là thân thiện với môi trường.

Tài liệu sáng chế 2 mô tả các ví dụ sản xuất thuốc nhuộm màu xanh lam thu được bằng cách cho vào thuốc nhuộm trên cơ sở anthraquinon, nhóm phenoxy có nhóm alkyl có từ 1 đến 9 nguyên tử cacbon, nhóm xycloalkyl hoặc nhóm halogeno làm nhóm thế và ví dụ về nhuộm các sợi polyeste, các sợi polyamit và các sợi nhựa trên cơ sở polyolefin sử dụng các loại thuốc nhuộm này.

Tuy nhiên, rất khó để thực hiện nhuộm ở nồng độ cao đối với sợi nhựa trên cơ sở polyolefin bằng cách sử dụng thuốc nhuộm màu xanh lam trên cơ sở anthraquinon này và độ bền màu của các sản phẩm nhuộm thu được không được mô tả cụ thể. Hơn nữa, về cách thức thuốc nhuộm được sử dụng trong việc nhuộm, Tài liệu sáng chế 2 nêu rõ rằng thuốc nhuộm màu xanh lam trên cơ sở anthraquinon được hòa tan trong rượu hoặc axeton, là một dung môi hữu cơ, trước khi sử dụng. Rất khó để nói rằng điều này là thân thiện với môi trường.

Tài liệu sáng chế 3 mô tả các ví dụ sản xuất thuốc nhuộm màu xanh lam thu được bằng cách đưa vào thuốc nhuộm trên cơ sở anthraquinon, nhóm phenoxy có nhóm ankyl có từ 1 đến 9 nguyên tử cacbon hoặc nhóm halogeno làm nhóm thế, và ví dụ về nhuộm sợi nhựa trên cơ sở polyolefin sử dụng các loại thuốc nhuộm này.

Tuy nhiên, rất khó để thực hiện nhuộm ở nồng độ cao đối với sợi nhựa trên cơ sở polyolefin bằng cách sử dụng thuốc nhuộm màu xanh lam trên cơ sở anthraquinon này và độ bền màu của các sản phẩm nhuộm thu được không được mô tả cụ thể. Hơn nữa, về cách thức thuốc nhuộm được sử dụng trong việc nhuộm, Tài liệu sáng chế 3 nêu rõ rằng những thuốc nhuộm này được hòa tan trong rượu hoặc axeton, là một dung môi hữu cơ, trước khi sử dụng. Rất khó để nói rằng phương pháp trong đó thuốc nhuộm như vậy được sử dụng là thân thiện với môi trường.

Tài liệu sáng chế 4 mô tả các ví dụ về nhuộm sợi nhựa trên cơ sở polyolefin trong đó thuốc nhuộm màu xanh lam thu được bằng cách đưa nhóm alkylamino hoặc nhóm xycloalkylamino vào các vị trí α của thuốc nhuộm trên cơ sở anthraquinon được sử dụng.

Tuy nhiên, rất khó để thực hiện nhuộm ở nồng độ cao các sợi nhựa trên cơ sở polyolefin bằng cách sử dụng thuốc nhuộm màu xanh lam trên cơ sở anthraquinon này và độ bền màu của các sản phẩm nhuộm thu được không được mô tả cụ thể.

Tài liệu sáng chế 5 mô tả các ví dụ sản xuất thuốc nhuộm màu đỏ thu được bằng cách cho vào thuốc nhuộm trên cơ sở anthraquinon, nhóm phenoxy có hai nhóm thế được chọn từ nhóm sec-butyl, nhóm sec-pentyl và nhóm tert-pentyl, và các ví dụ về nhuộm của các sợi nhựa polypropylen bằng cách sử dụng các loại thuốc nhuộm này.

Tuy nhiên, rất khó để thực hiện nhuộm ở nồng độ cao các sợi nhựa trên cơ sở polyolefin bằng cách sử dụng thuốc nhuộm màu đỏ trên cơ sở anthraquinon và độ bền màu của các sản phẩm nhuộm thu được không được mô tả cụ thể. Hơn nữa, về cách sử dụng thuốc nhuộm trong quá trình nhuộm, Tài liệu sáng chế 5 nêu rõ rằng các thuốc nhuộm này được hòa tan trong dimethylformamid, một dung môi hữu cơ, trước khi sử dụng. Rất khó để nói rằng phương pháp sử dụng thuốc nhuộm như vậy là thân thiện với môi trường.

Tài liệu sáng chế 6 mô tả các ví dụ về sản xuất thuốc nhuộm trên cơ sở monoazo có nhóm alkyl chuỗi dài và các ví dụ về việc nhuộm sợi polyeste loại mịn bằng cách sử dụng thuốc nhuộm này. Tuy nhiên, Tài liệu sáng chế 6 không mô tả các ví dụ về việc nhuộm các sợi trên cơ sở polyolefin bằng cách sử dụng các loại thuốc nhuộm này.

Nhiều thực nghiệm khác nhau đã được thực hiện để biến tính sợi nhựa trên cơ sở polyolefin nhằm cải thiện tính chất nhuộm của sợi nhựa trên cơ sở polyolefin.

Các kỹ thuật biến tính khác nhau đã được biết đến, và các ví dụ của chúng bao gồm việc bổ sung thành phần nhựa có thể nhuộm như polyeste, đồng trùng hợp với monome vinyl hoặc loại tương tự có nhóm chức để nhuộm và bổ sung chất hoạt hóa nhuộm như stearat kim loại.

Tính chất nhuộm của các sợi nhựa trên cơ sở polyolefin biến tính này được cải thiện, nhưng có một vấn đề là độ bền kéo sợi giảm do xử lý nhuộm, và quần áo và các loại tương tự được làm từ các sợi này không đủ độ bền.

Một cách ngẫu nhiên, Tài liệu sáng chế 7 mô tả, như một ví dụ về phương pháp

thay thế cho nhuộm nước, phương pháp nhuộm trong đó các vật liệu sợi kỵ nước được nhuộm bằng cách sử dụng nhiều loại thuốc nhuộm khác nhau với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn đóng vai trò là môi trường nhuộm.

Tuy nhiên, mặc dù polypropylen được mô tả trong đó như một ví dụ về vật liệu sợi kỵ nước, phần "Ví dụ thực hiện sáng chế" không mô tả các ví dụ về nhuộm trong đó sợi polypropylen được sử dụng và chỉ mô tả các ví dụ về nhuộm trong đó vải polyester được sử dụng.

Danh sách trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP S38-10741B

Tài liệu sáng chế 2: JP S40-1277B

Tài liệu sáng chế 3: JP S41-3515B

Tài liệu sáng chế 4: Patent Anh Quốc số 872,882

Tài liệu sáng chế 5: Patent Hoa Kỳ số 3,536,735

Tài liệu sáng chế 6: JP S55-152869A

Tài liệu sáng chế 7: Patent Nhật Bản số 3253649

Tài liệu phi sáng chế

Tài liệu phi sáng chế 1: Hiroshi Yamamoto, Sen'i Gakkaishi, 61(2005), 319-321.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề cần giải quyết

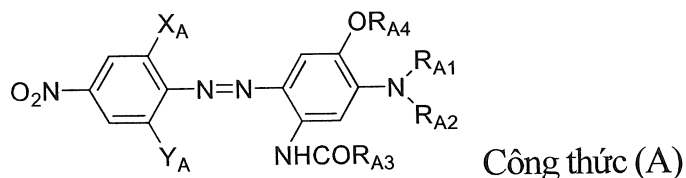
Do đó, mục đích của sáng chế là cung cấp thuốc nhuộm để nhuộm sợi

polyolefin với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn, có thể được sử dụng để nhuộm sợi polyolefin với nhiều màu sắc khác nhau thông qua quá trình nhuộm nồng độ cao và có thể đạt được độ bền màu vượt trội với khả năng chống lại ánh sáng, sự thăng hoa, sự giặt sạch, và tương tự trong các sản phẩm nhuộm, cũng như phương pháp nhuộm để nhuộm sợi polyolefin với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn, và sợi polyolefin được nhuộm bằng phương pháp nhuộm.

Giải quyết vấn đề

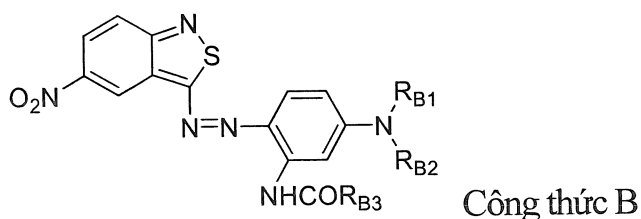
Sáng chế hướng tới thuốc nhuộm để nhuộm sợi polyolefin với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn bao gồm ít nhất một hợp chất trong số các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A) đến (G) bên dưới.

[Công thức hóa học 1]



(Trong Công thức (A), X_A đại diện cho nhóm nitro, Y_A đại diện cho nguyên tử halogen, R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon), và R_{A4} là nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon.)

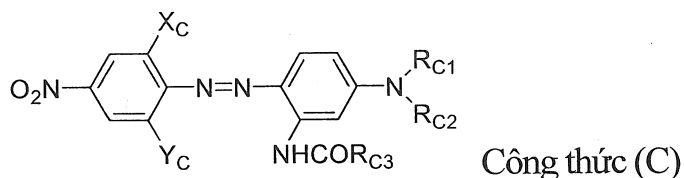
[Công thức hóa học 2]



(Trong Công thức B, R_{B1} , R_{B2} , và R_{B3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1

đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{B1} , R_{B2} , và R_{B3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon).)

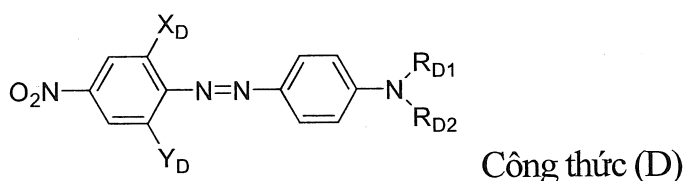
[Công thức hóa học 3]



(Trong Công thức (C), X_C và Y_C đại diện cho bất kỳ sự kết hợp nào của nguyên tử hydro và nguyên tử halogen, sự kết hợp của nguyên tử halogen và nhóm nitro, sự kết hợp của nguyên tử halogen và nhóm xiano, sự kết hợp của nhóm xiano và nhóm xiano, sự kết hợp của nhóm nitro và nhóm xiano, và sự kết hợp của nguyên tử hydro và nguyên tử hydro, và

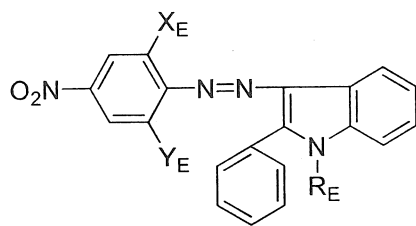
R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon).)

[Công thức hóa học 4]



(Trong Công thức (D), X_D và Y_D độc lập đại diện cho nguyên tử hydro, nguyên tử halogen, hoặc nhóm xiano, R_{D1} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, và R_{D2} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon được thế bằng CN. Tuy nhiên, ít nhất một trong số R_{D1} và R_{D2} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon.)

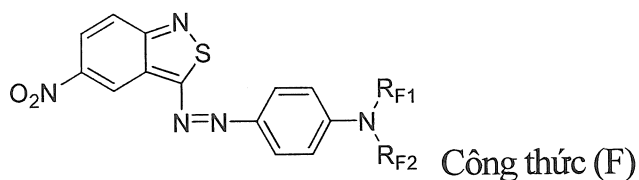
[Công thức hóa học 5]



Công thức (E)

(Trong Công thức (E), X_E và Y_E độc lập đại diện cho nguyên tử halogen, và R_E đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 18 nguyên tử cacbon.)

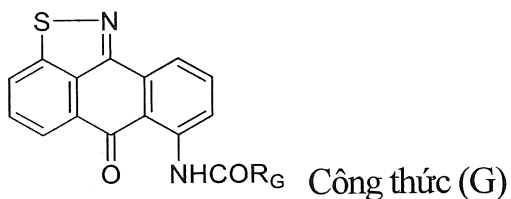
[Công thức hóa học 6]



Công thức (F)

(Trong Công thức (F), R_{F1} và R_{F2} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon.)

[Công thức hóa học 7]



Công thức (G)

(Trong Công thức (G), R_G đại diện cho nhóm alkyl có từ 7 đến 18 nguyên tử cacbon.)

Ngoài ra, sáng chế đề xuất phương pháp nhuộm để nhuộm sợi polyolefin với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn, và phương pháp bao gồm bước nhuộm để nhuộm sợi polyolefin bằng cách sử dụng thuốc nhuộm theo sáng chế với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn.

Ngoài ra, sáng chế đề xuất sợi polyolefin được nhuộm bằng phương pháp nhuộm theo sáng chế.

Hiệu quả của sáng chế

Thuốc nhuộm theo sáng chế có thể được sử dụng để nhuộm sợi polyolefin với nhiều màu sắc khác nhau thông qua quá trình nhuộm nồng độ cao với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn, và có thể đạt được độ bền màu vượt trội có độ bền với ánh sáng, sự thăng hoa, sự giặt sạch, và tương tự trong các sản phẩm nhuộm.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

FIG. 1 thể hiện thiết bị nhuộm cacbon đioxit siêu tới hạn được sử dụng để nhuộm.

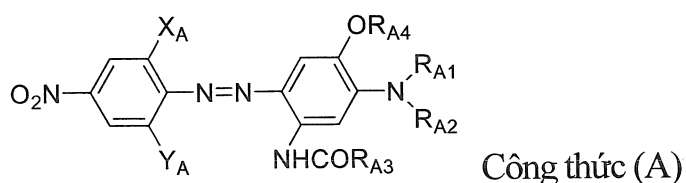
Mô tả chi tiết sáng chế

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng thuốc nhuộm chứa các hợp chất cụ thể sau đây đã cải thiện được ái lực với sợi polyolefin ưa béo và có thể được sử dụng để nhuộm nồng độ cao của sợi polyolefin với nhiều màu sắc khác nhau với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn, và do đó đã hoàn thành sáng chế.

Các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A) đến (G)

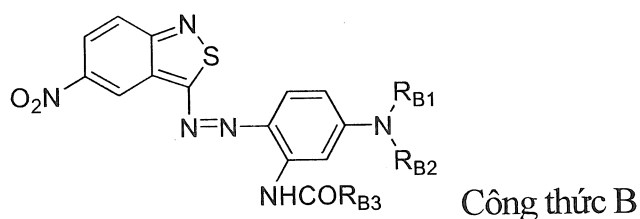
Các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A) đến (G) có trong các thuốc nhuộm theo sáng chế như sau.

[Công thức hóa học 8]



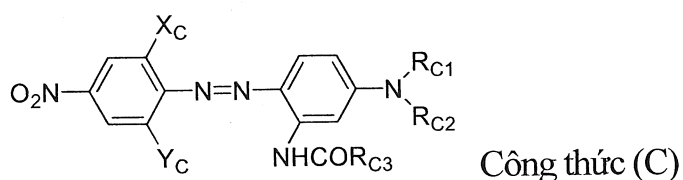
(Trong Công thức (A), X_A đại diện cho nhóm nitro, Y_A đại diện cho nguyên tử halogen, R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon), và R_{A4} là nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon.)

[Công thức hóa học 9]



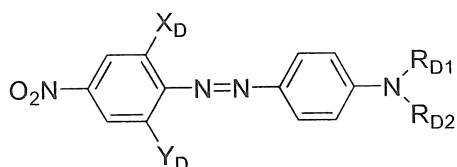
(Trong Công thức B, R_{B1} , R_{B2} , và R_{B3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{B1} , R_{B2} , và R_{B3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon).)

[Công thức hóa học 10]



(Trong Công thức (C), X_C và Y_C đại diện cho bất kỳ sự kết hợp nào của nguyên tử hydro và nguyên tử halogen, sự kết hợp của nguyên tử halogen và nhóm nitro, sự kết hợp của nguyên tử halogen và nhóm xyano, sự kết hợp của nhóm xyano và nhóm xyano, sự kết hợp của nhóm nitro và nhóm xyano, và sự kết hợp của nguyên tử hydro và nguyên tử hydro, và R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon).)

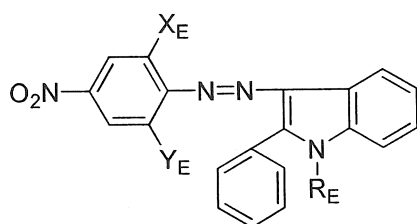
[Công thức hóa học 11]



Công thức (D)

(Trong Công thức (D), X_D và Y_D độc lập đại diện cho nguyên tử hydro, nguyên tử halogen, hoặc nhóm xyano, R_{D1} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, và R_{D2} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon được thế bằng CN. Tuy nhiên, ít nhất một trong số R_{D1} và R_{D2} đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon.)

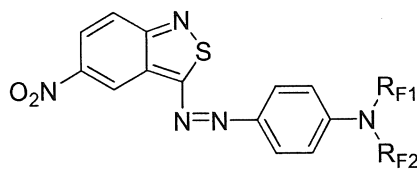
[Công thức hóa học 12]



Công thức (E)

(Trong Công thức (E), X_E và Y_E độc lập đại diện cho nguyên tử halogen, và R_E đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 18 nguyên tử cacbon.)

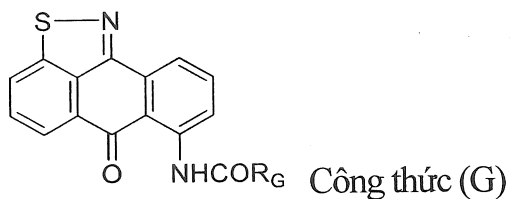
[0060] [Công thức hóa học 13]



Công thức (F)

(Trong Công thức (F), R_{F1} và R_{F2} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon.)

[Công thức hóa học 14]



(Trong Công thức (G), R_G đại diện cho nhóm alkyl có từ 7 đến 18 nguyên tử cacbon.)

Trong Công thức (A), (C), (D), và (E) trên đây, nguyên tử halogen là nguyên tử flo, nguyên tử clo, nguyên tử brom, hoặc nguyên tử iốt, và tốt hơn là nguyên tử flo, nguyên tử clo, hoặc nguyên tử brom.

Trong Công thức (A) đến (D) trên đây, các ví dụ về nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon bao gồm nhóm alkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon như nhóm methyl, nhóm ethyl, nhóm n-propyl, nhóm i-propyl, nhóm n-butyl, nhóm i-butyl, nhóm sec-butyl, nhóm t-butyl, nhóm n-pentyl, nhóm i-pentyl, nhóm sec-pentyl, nhóm t-pentyl, nhóm 2-methylbutyl, nhóm n-hexyl, nhóm 1-methylpentyl, nhóm 2-methylpentyl, nhóm 3-methylpentyl, nhóm 4-methylpentyl, nhóm 1-ethylbutyl, nhóm 2-ethylbutyl, nhóm 1,1-dimethylbutyl, nhóm 2,2-dimethylbutyl, nhóm 3,3-dimethylbutyl, và nhóm 1-ethyl-1-methylpropyl. Nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon tốt hơn là nhóm alkyl có từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là nhóm alkyl có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon.

Trong Công thức (A) trên đây, các ví dụ về nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon bao gồm nhóm alkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon như nhóm methyl, nhóm ethyl, nhóm n-propyl, nhóm i-propyl, nhóm n-butyl, nhóm i-butyl, nhóm sec-butyl, và nhóm t-butyl. Nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử

cacbon tốt hơn là nhóm alkyl có 1 hoặc 2 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là nhóm alkyl có 1 nguyên tử cacbon.

Trong Công thức (A) đến (D) và (F) trên đây, các ví dụ về nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon bao gồm nhóm alkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon như nhóm n-butyl, nhóm i-butyl, nhóm sec-butyl, nhóm t-butyl, nhóm n-pentyl, nhóm i-pentyl, nhóm sec-pentyl, nhóm t-pentyl, nhóm 2-methylbutyl, nhóm n-hexyl, nhóm 1-methylpentyl, nhóm 2-methylpentyl, nhóm 3-methylpentyl, nhóm 4-methylpentyl, nhóm 1-ethylbutyl, nhóm 2-ethylbutyl, nhóm 1,1-dimethylbutyl, nhóm 2,2-dimethylbutyl, nhóm 3,3-dimethylbutyl, và nhóm 1-ethyl-1-methylpropyl. Nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon tốt hơn là nhóm alkyl có từ 4 đến 12 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là nhóm alkyl có từ 4 đến 8 nguyên tử cacbon.

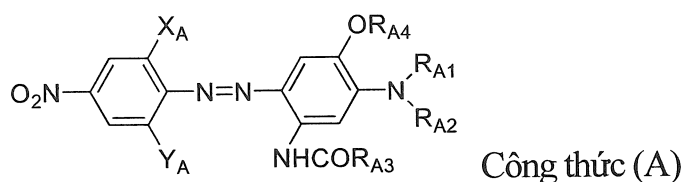
Trong Công thức (E) trên đây, các ví dụ về nhóm alkyl có từ 4 đến 18 nguyên tử cacbon bao gồm nhóm alkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh như nhóm n-butyl, nhóm i-butyl, nhóm sec-butyl, nhóm t-butyl, nhóm n-pentyl, nhóm i-pentyl, nhóm sec-pentyl, nhóm t-pentyl, nhóm 2-methylbutyl, nhóm n-hexyl, nhóm 1-methylpentyl, nhóm 2-methylpentyl, nhóm 3-methylpentyl, nhóm 4-methylpentyl, nhóm 1-ethylbutyl, nhóm 2-ethylbutyl, nhóm 1,1-dimethylbutyl, nhóm 2,2-dimethylbutyl, nhóm 3,3-dimethylbutyl, và nhóm 1-ethyl-1-methylpropyl. Nhóm alkyl có từ 4 đến 18 nguyên tử cacbon tốt hơn là nhóm alkyl có từ 4 đến 12 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là nhóm alkyl có từ 8 đến 12 nguyên tử cacbon.

Trong Công thức (G) trên đây, các ví dụ về nhóm alkyl có từ 7 đến 18 nguyên

tử cacbon bao gồm nhóm alkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 7 đến 18 nguyên tử cacbon như nhóm n-heptyl, nhóm 1-methylhexyl, nhóm 2-methylhexyl, nhóm 3-methylhexyl, nhóm 4-methylhexyl, nhóm 1-ethylpentyl, nhóm 2-ethylpentyl, nhóm 1,1-dimethylpentyl, nhóm 2,2-dimethylpentyl, và nhóm 3,3-dimethylpentyl. Nhóm alkyl có từ 7 đến 18 nguyên tử cacbon tốt hơn là nhóm alkyl có từ 11 đến 18 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là nhóm alkyl có từ 15 đến 18 nguyên tử cacbon.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A)

[Công thức hóa học 15]



Trong hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A), X_A đại diện cho nhóm nitro, Y_A đại diện cho nguyên tử halogen, R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon), và R_{A4} là nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (A) trên đây là hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam.

Trong Công thức (A) trên đây, theo quan điểm về nồng độ nhuộm, độ bền ánh sáng, độ bền thăng hoa, và tương tự, Y_A tốt hơn là nguyên tử brom.

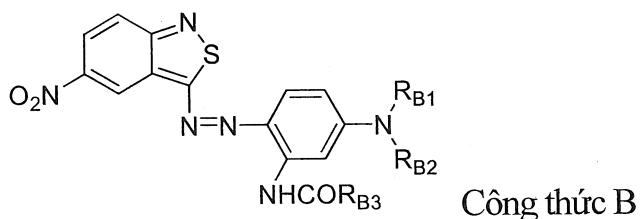
Mặc dù, trong Công thức (A) trên đây, theo quan điểm về nồng độ nhuộm, độ bền ánh sáng, độ bền thăng hoa, và tương tự, tốt hơn là R_{A1} , R_{A2} và R_{A3} là nhóm alkyl

độc lập có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon, hoặc R_{A1} và R_{A2} là nhóm alkyl độc lập có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon và R_{A3} là nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, hoặc R_{A3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon và R_{A1} và R_{A2} là nhóm alkyl độc lập có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon.

Ngoài ra, trong Công thức (A) trên đây, theo quan điểm về nồng độ nhuộm, độ bền ánh sáng, độ bền thăng hoa, và tương tự, tốt hơn là Y_A là nguyên tử brom, cũng như R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} là nhóm alkyl độc lập có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon, hoặc R_{A1} và R_{A2} là nhóm alkyl độc lập có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon và R_{A3} là nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, hoặc R_{A3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon và R_{A1} và R_{A2} là nhóm alkyl độc lập có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung B

[Công thức hóa học 16]



Trong hợp chất được đại diện bởi Công thức chung B, R_{B1} , R_{B2} , và R_{B3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon. Lưu ý rằng ít nhất một trong số R_{B1} , R_{B2} , và R_{B3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon.

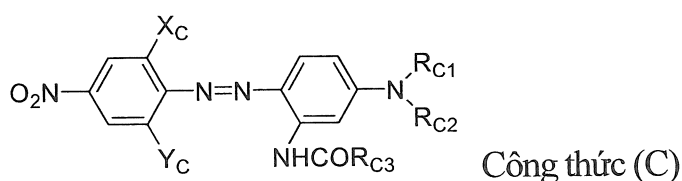
Hợp chất được đại diện bởi Công thức B trên đây là hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam hoặc màu tím.

Trong Công thức B trên đây, theo quan điểm về nồng độ nhuộm, độ bền ánh sáng, độ bền thăng hoa, và tương tự, tốt hơn là R_{B1} , R_{B2} , và R_{B3} là nhóm alkyl độc lập

có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon, hoặc R_{B1} và R_{B2} là nhóm alkyl độc lập có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon và R_{B3} là nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, hoặc R_{B3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon và R_{B1} và R_{B2} là nhóm alkyl độc lập có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C)

[Công thức hóa học 17]



Trong hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C), X_C và Y_C đại diện cho bất kỳ sự kết hợp nào của nguyên tử hydro và nguyên tử halogen, sự kết hợp của nguyên tử halogen và nhóm nitro, sự kết hợp của nguyên tử halogen và nhóm xyano, sự kết hợp của nhóm xyano và nhóm xyano, sự kết hợp của nhóm nitro và nhóm xyano, và sự kết hợp của nguyên tử hydro và nguyên tử hydro, và R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon).

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (C) trên đây là hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ hoặc màu tím.

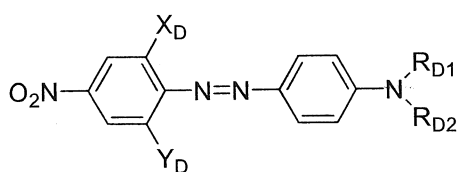
Trong Công thức (C) trên đây, theo quan điểm về nồng độ nhuộm, độ bền ánh sáng, độ bền thăng hoa, và tương tự, tốt hơn là X_C và Y_C đại diện cho bất kỳ sự kết hợp nào của nguyên tử hydro và nguyên tử clo, sự kết hợp của nguyên tử brom và nhóm nitro, sự kết hợp của nguyên tử brom và nhóm xyano, sự kết hợp của nhóm xyano và

nhóm xyano, sự kết hợp của nhóm nitro và nhóm xyano, và sự kết hợp của nguyên tử hydro và nguyên tử hydro.

Trong Công thức (C) trên đây, theo quan điểm về nồng độ nhuộm, độ bền ánh sáng, độ bền thăng hoa, và tương tự, tốt hơn là X_C và Y_C đại diện cho bất kỳ sự kết hợp nào của nguyên tử hydro và nguyên tử halogen, sự kết hợp của nguyên tử halogen và nhóm nitro, sự kết hợp của nguyên tử halogen và nhóm xyano, sự kết hợp của nhóm xyano và nhóm xyano, sự kết hợp của nhóm nitro và nhóm xyano, và sự kết hợp của nguyên tử hydro và nguyên tử hydro, và R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} là nhóm alkyl độc lập có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon, hoặc R_{C1} và R_{C2} là nhóm alkyl độc lập có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon và R_{C3} là nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, hoặc R_{C3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon và R_{C1} và R_{C2} là nhóm alkyl độc lập có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D)

[Công thức hóa học 18]



Công thức (D)

Trong hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D), X_D và Y_D độc lập đại diện cho nguyên tử hydro, nguyên tử halogen, hoặc nhóm xyano, R_{D1} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, và R_{D2} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon được thế bằng CN. Lưu ý rằng ít nhất một trong số R_{D1} và R_{D2} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14

nguyên tử cacbon.

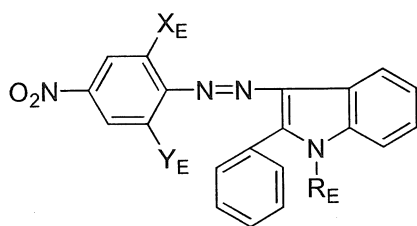
Hợp chất được đại diện bởi Công thức (D) trên đây là hợp chất thuốc nhuộm màu da cam hoặc màu đỏ.

Trong Công thức (D) trên đây, theo quan điểm về nồng độ nhuộm, độ bền ánh sáng, độ bền thăng hoa, và tương tự, tốt hơn là X_D đại diện cho nguyên tử hydro, nguyên tử clo, hoặc nguyên tử brom, và Y_D đại diện cho nguyên tử hydro, nguyên tử clo, nguyên tử brom, hoặc nhóm xyano.

Ngoài ra, trong Công thức (D) trên đây, tốt hơn là X_D và Y_D độc lập đại diện cho nguyên tử hydro, nguyên tử halogen, hoặc nhóm xyano, R_{D1} đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon, và R_{D2} đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon được thế bằng CN.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (E)

[Công thức hóa học 19]



Công thức (E)

Trong hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (E), X_E và Y_E độc lập đại diện cho nguyên tử halogen, và R_E đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 18 nguyên tử cacbon.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (E) trên đây là hợp chất thuốc nhuộm màu da cam.

Trong Công thức (E) trên đây, theo quan điểm về nồng độ nhuộm, độ bền ánh

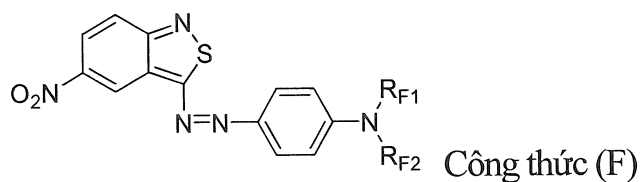
sáng, độ bền thẳng hoa, và tương tự, tốt hơn là X_E và Y_E đại diện cho nguyên tử clo.

Trong Công thức (E) trên đây, theo quan điểm về nồng độ nhuộm, độ bền ánh sáng, độ bền thẳng hoa, và tương tự, tốt hơn là R_E là nhóm alkyl có từ 4 đến 12 nguyên tử cacbon.

Trong Công thức (E) trên đây, theo quan điểm về nồng độ nhuộm, độ bền ánh sáng, độ bền thẳng hoa, và tương tự, tốt hơn là X_E và Y_E đại diện cho nguyên tử clo, và R_E là nhóm alkyl có từ 4 đến 12 nguyên tử cacbon.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (F)

[Công thức hóa học 20]



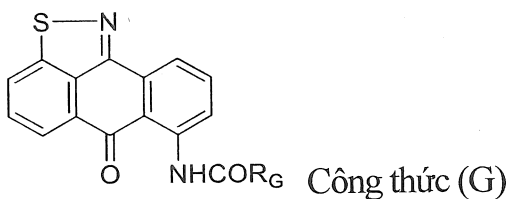
Trong hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (F), R_{F1} và R_{F2} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (F) trên đây là hợp chất thuốc nhuộm màu tím.

Trong Công thức (F) trên đây, theo quan điểm về nồng độ nhuộm, độ bền ánh sáng, độ bền thẳng hoa, và tương tự, tốt hơn là R_{F1} và R_{F2} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 12 nguyên tử cacbon.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (G)

[Công thức hóa học 21]



Trong hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (G), R_G đại diện cho nhóm alkyl có từ 7 đến 18 nguyên tử cacbon.

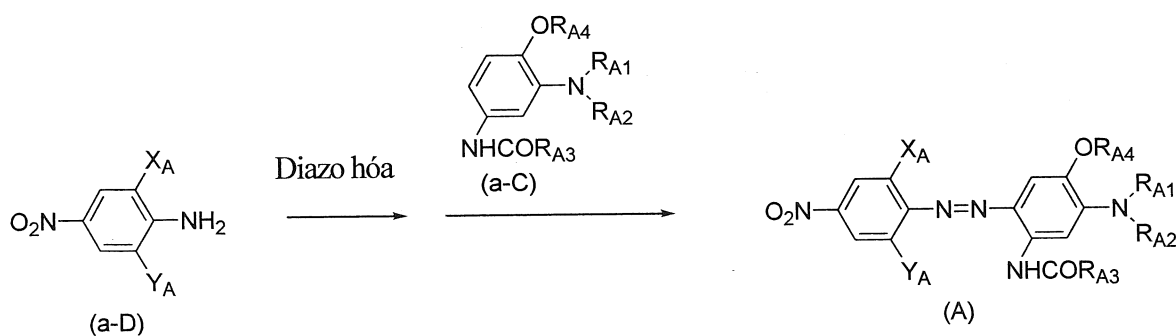
Hợp chất được đại diện bởi Công thức (G) trên đây là hợp chất thuốc nhuộm màu vàng.

Trong Công thức (G) trên đây, theo quan điểm về nồng độ nhuộm, độ bền ánh sáng, độ bền thẳng hoa, và tương tự, tốt hơn là R_G là nhóm alkyl có từ 11 đến 18 nguyên tử cacbon.

Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A)

Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức (A) trên đây sẽ được mô tả.

[Công thức hóa học 22]



Hợp chất được đại diện bởi Công thức (A) trên đây thu được bằng cách ghép hợp chất diazo của dẫn xuất 4-nitroanilin được đại diện bởi Công thức (a-D) (trong đó

X_A đại diện cho nhóm nitro và Y_A đại diện cho nguyên tử halogen) với hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-C) (trong đó R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon), và R_{A4} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon).

(i) Diazo hóa hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-D)

Trước tiên, hợp chất diazo thu được bằng cách diazo hóa hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-D) sử dụng tác nhân nitrosat hóa hoặc axit nitrosylsulfuric trong axit khoáng hoặc axit carboxylic hữu cơ với sự có mặt của nước được thêm vào tùy ý. Các ví dụ về axit carboxylic hữu cơ được sử dụng bao gồm axit axetic và axit propionic. Các ví dụ về axit khoáng bao gồm axit clohydric, axit phosphoric, và axit sulfuric, và tốt hơn là axit sulfuric. Tác nhân nitrosat hóa được sử dụng là nitrit kim loại kiềm như natri nitrit ở dạng rắn hoặc dung dịch nước.

Nhiệt độ phản ứng của diazo hóa tốt hơn là từ -10 đến 40°C , và tốt hơn nữa là từ 0 đến 40°C .

Lưu ý rằng hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-D) được sử dụng phổ biến và rộng rãi làm nguyên liệu thô của thuốc nhuộm phân tán azo.

(ii) Ghép nối với hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-C)

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (A) trên đây thu được bằng cách thêm dung dịch của hợp chất diazo được đại diện bởi Công thức (a-D) trên đây vào dung dịch rượu (ví dụ, metanol) hoặc huyền phù của hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-C), ví dụ ở nhiệt độ nằm trong phạm vi từ -5 đến 10°C .

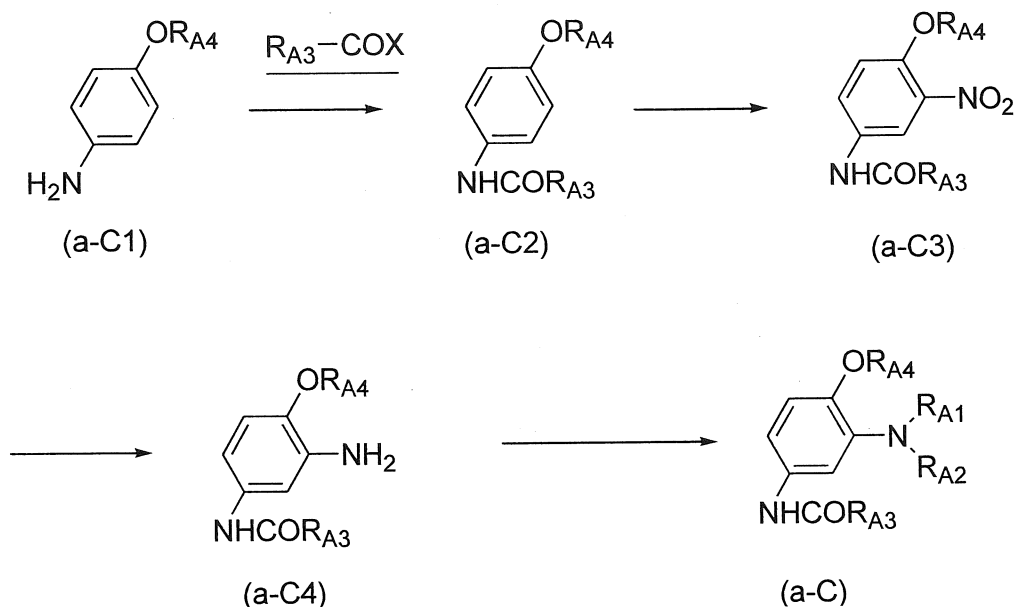
Độ pH của dung dịch hoặc huyền phù của hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-C) tốt hơn là có tính axit yếu, và thêm chất đệm như triethylamin hoặc natri axetat có thể có lợi cho phản ứng ghép nối.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A) được làm khô cho đến khi hàm lượng nước trong đó là, ví dụ, 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 0,5 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 0,1 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, trước khi được dùng để nhuộm trong đó cacbon đioxit siêu tới hạn được sử dụng làm môi trường.

(iii) Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-C)

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-C) được sử dụng làm nguyên liệu thô có thể được sản xuất như được mô tả bên dưới.

[Công thức hóa học 23]



Hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-C2) thu được bằng cách cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-C1) (trong đó R_{A4} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon) phản ứng với axit carboxylic halogenua được đại diện bởi $\text{R}_{\text{A3}}-\text{COX}$ (R_{A3} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, và X đại diện

cho nguyên tử halogen) bằng cách sử dụng N,N-dimethylformamid (DMF) làm dung môi.

Tiếp theo, hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-C3) thu được bằng cách nitrat hóa hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-C2) bằng cách sử dụng axit nitric đậm đặc và axit sulfuric đậm đặc.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-C4) thu được bằng cách khử hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-C3) bằng cách sử dụng thiếc trong rượu (ví dụ, metanol) được axit hóa bằng axit clohydric.

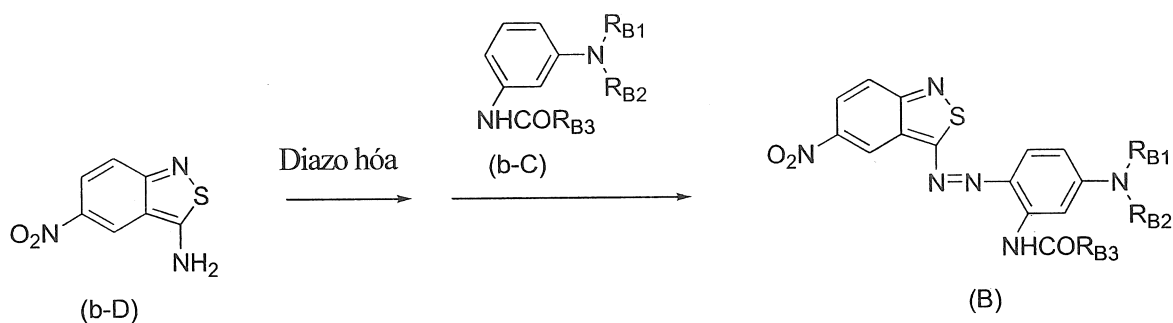
Công thức (a-C) thu được bằng cách cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-C4) phản ứng với các alkyl halogenua được đại diện bởi $R_{A1}-X$ và $R_{A2}-X$ (R_{A1} và R_{A2} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, và X đại diện cho nguyên tử halogen) bằng cách sử dụng DMF làm dung môi.

Ngoài ra, R_{A2} (R_{A2} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon) có thể được đưa vào phù hợp với phản ứng đã biết sau khi cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (a-C4) phản ứng với hydrocacbon halogenua được đại diện bởi $R_{A1}-X$ (R_{A1} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, và X đại diện cho nguyên tử halogen). Ví dụ, R_{A2} có thể được đưa vào bằng cách sử dụng $(R_{A2})_2SO_4$.

Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức chung B

Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức B trên đây sẽ được mô tả.

[Công thức hóa học 24]



Hợp chất được đại diện bởi Công thức B trên đây thu được bằng cách ghép nối hợp chất diazo của 3-amino-5-nitro-2,1-benzisothiazol được đại diện bởi Công thức (b-D) với hợp chất được đại diện bởi Công thức (b-C) (trong đó R_{B1} , R_{B2} , và R_{B3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{B1} , R_{B2} , và R_{B3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon)).

(i) Diazo hóa hợp chất được đại diện bởi Công thức (b-D)

Trước tiên, hợp chất diazo thu được bằng cách diazo hóa hợp chất được đại diện bởi Công thức (b-D) bằng cách sử dụng tác nhân nitrosat hóa hoặc axit nitrosylsulfuric trong axit khoáng hoặc axit carboxylic hữu cơ với sự có mặt của nước được thêm vào tùy ý. Các ví dụ về axit carboxylic hữu cơ được sử dụng bao gồm axit axetic và axit propionic. Các ví dụ về axit khoáng bao gồm axit clohydric, axit phosphoric, và axit sulfuric, và tốt hơn là axit sulfuric. Tác nhân nitrosat hóa được sử dụng là nitrit kim loại kiềm như natri nitrit ở dạng rắn hoặc dung dịch nước.

Nhiệt độ phản ứng của diazo hóa tốt hơn là từ -10 đến 15°C , và tốt hơn nữa là từ -5 đến 10°C .

Lưu ý rằng hợp chất được đại diện bởi Công thức (b-D) được sử dụng phổ biến và rộng rãi làm nguyên liệu thô của thuốc nhuộm phân tán azo.

(ii) Ghép nối với hợp chất được đại diện bởi Công thức (b-C)

Hợp chất được đại diện bởi Công thức B trên đây thu được bằng cách thêm dung dịch của hợp chất diazo được đại diện bởi Công thức (b-D) trên đây vào dung dịch rượu (ví dụ, metanol) hoặc huyền phù của hợp chất được đại diện bởi Công thức (b-C), ví dụ ở nhiệt độ nằm trong phạm vi từ -5 đến 10°C.

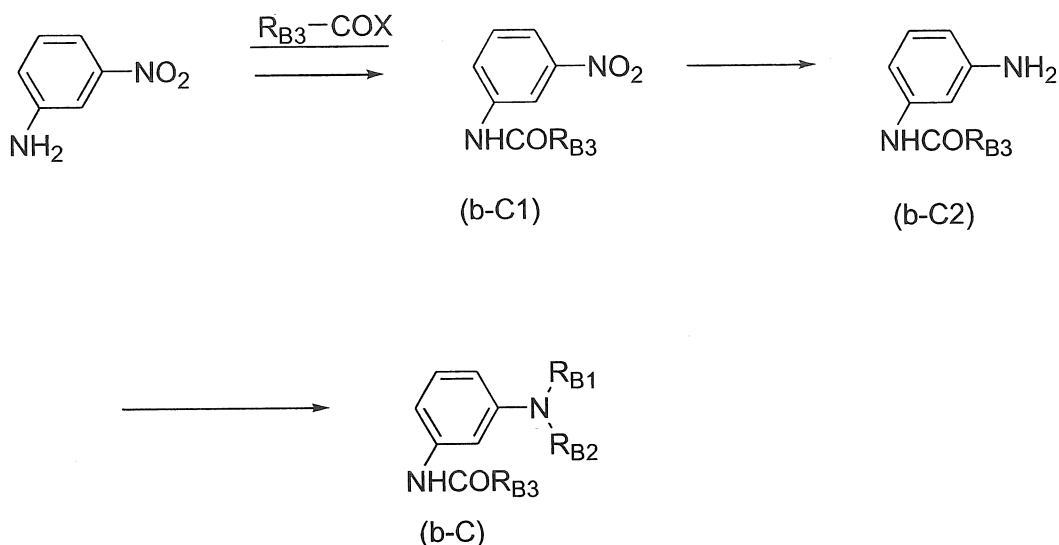
Độ pH của dung dịch hoặc huyền phù của hợp chất được đại diện bởi Công thức (b-C) tốt hơn là có tính axit yếu, và thêm chất đệm như triethylamin hoặc natri axetat có thể có lợi cho phản ứng ghép nối.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung B được làm khô cho đến khi hàm lượng nước trong đó là, ví dụ, 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 0,5 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 0,1 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, trước khi được dùng để nhuộm trong đó cacbon đioxit siêu tới hạn được sử dụng làm môi trường.

(iii) Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức (b-C)

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (b-C) được sử dụng làm nguyên liệu thô có thể được sản xuất như được mô tả bên dưới.

[Công thức hóa học 25]



Hợp chất được đại diện bởi Công thức (b-C1) thu được bằng cách cho m-nitroanilin phản ứng với axit carboxylic halogenua được đại diện bởi $R_{B3}-COX$ (R_{B3} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, và X đại diện cho nguyên tử halogen) bằng cách sử dụng DMF làm dung môi.

Tiếp theo, hợp chất được đại diện bởi Công thức (b-C2) thu được bằng cách khử hợp chất được đại diện bởi Công thức (b-C1) bằng cách sử dụng thiếc trong rượu (ví dụ, metanol) được axit hóa bằng axit clohydric.

Công thức (b-C) thu được bằng cách cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (b-C2) phản ứng với các alkyl halogenua được đại diện bởi $R_{B1}-X$ và $R_{B2}-X$ (R_{B1} và R_{B2} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, và X đại diện cho nguyên tử halogen) bằng cách sử dụng DMF làm dung môi.

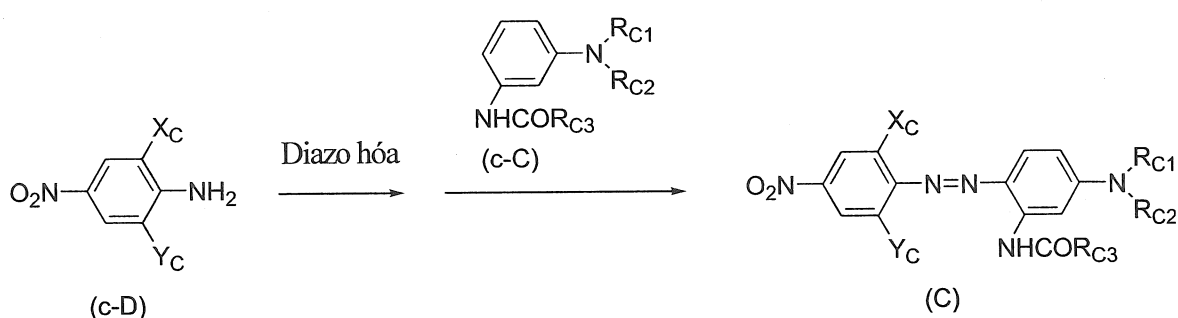
Ngoài ra, R_{B2} (R_{B2} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon) có thể được đưa vào phù hợp với phản ứng đã biết sau khi cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (b-C2) phản ứng với hydrocacbon halogenua được đại diện bởi $R_{B1}-X$

(R_{B1} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, và X đại diện cho nguyên tử halogen). Ví dụ, R_{B2} có thể được đưa vào bằng cách sử dụng (R_{B2})₂SO₄.

Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C)

Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức (C) trên đây sẽ được mô tả.

[Công thức hóa học 26]



Hợp chất được đại diện bởi Công thức (C) trên đây thu được bằng cách ghép nối hợp chất diazo của dẫn xuất 4-nitroanilin được đại diện bởi Công thức (c-D) (trong đó X_C và Y_C đại diện cho bất kỳ sự kết hợp nào của nguyên tử hydro và nguyên tử halogen, sự kết hợp của nguyên tử halogen và nhóm nitro, sự kết hợp của nguyên tử halogen và nhóm xiano, sự kết hợp của nhóm xiano và nhóm xiano, sự kết hợp của nhóm nitro và nhóm xiano, và sự kết hợp của nguyên tử hydro và nguyên tử hydro) với hợp chất được đại diện bởi Công thức (c-C) (trong đó R_{C1}, R_{C2}, và R_{C3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{C1}, R_{C2}, và R_{C3} là nhóm alkyl có từ 4 nguyên tử cacbon hoặc lớn hơn)).

(i) Diazo hóa hợp chất được đại diện bởi Công thức (c-D)

Trước tiên, hợp chất diazo thu được bằng cách diazo hóa hợp chất được đại diện bởi Công thức (c-D) bằng cách sử dụng tác nhân nitrosat hóa hoặc axit

nitrosylsulfuric trong axit khoáng hoặc axit carboxylic hữu cơ với sự có mặt của nước được thêm vào tùy ý. Các ví dụ về axit carboxylic hữu cơ được sử dụng bao gồm axit axetic và axit propionic. Các ví dụ về axit khoáng bao gồm axit clohydric, axit phosphoric, và axit sulfuric, và tốt hơn là axit sulfuric. Tác nhân nitrosat hóa được sử dụng là nitrit kim loại kiềm như natri nitrit ở dạng rắn hoặc dung dịch nước.

Nhiệt độ phản ứng của diazo hóa tốt hơn là từ -10 đến 40°C , và tốt hơn nữa là từ 0 đến 35°C .

Lưu ý rằng hợp chất được đại diện bởi Công thức (c-D) được sử dụng phổ biến và rộng rãi làm nguyên liệu thô của thuốc nhuộm phân tán azo.

(ii) Ghép nối với hợp chất được đại diện bởi Công thức (c-C)

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (C) trên đây thu được bằng cách thêm dung dịch của hợp chất diazo được đại diện bởi Công thức (c-D) trên đây vào dung dịch rượu (ví dụ, metanol) hoặc huyền phù của hợp chất được đại diện bởi Công thức (c-C), ví dụ ở nhiệt độ nằm trong phạm vi từ -5 đến 10°C .

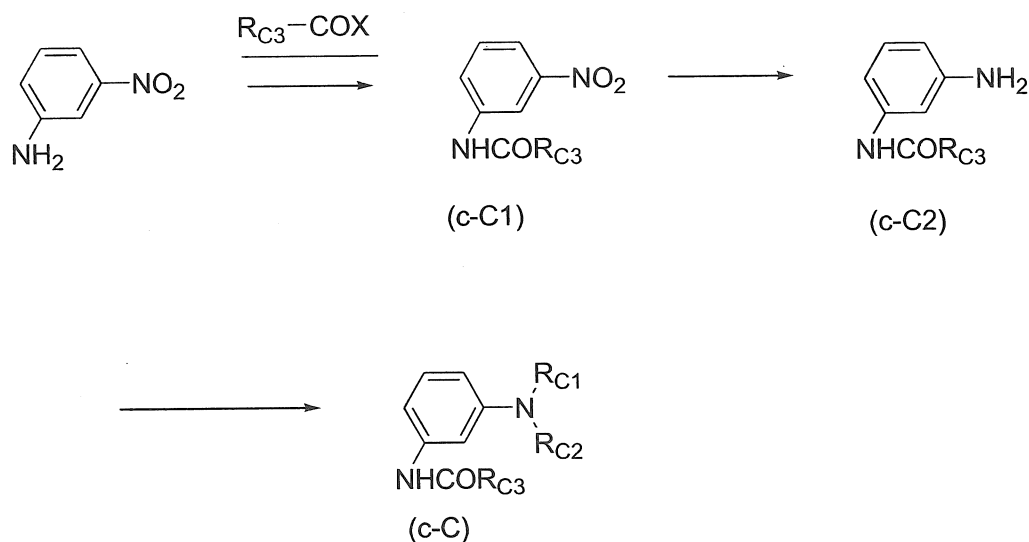
Độ pH của dung dịch hoặc huyền phù của hợp chất được đại diện bởi Công thức (c-C) tốt hơn là có tính axit yếu, và thêm chất đệm như triethylamin hoặc natri axetat có thể có lợi.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C) được làm khô cho đến khi hàm lượng nước trong đó là, ví dụ, $1,0\%$ khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là $0,5\%$ khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là $0,1\%$ khối lượng hoặc nhỏ hơn, trước khi được dùng để nhuộm trong đó cacbon dioxit siêu tới hạn được sử dụng làm môi trường.

(iii) Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức (c-C)

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (c-C) được sử dụng làm nguyên liệu thô có thể được sản xuất như được mô tả bên dưới.

[Công thức hóa học 27]



Hợp chất được đại diện bởi Công thức (c-C1) thu được bằng cách cho m-nitroanilin phản ứng với axit carboxylic halogenua được đại diện bởi $\text{R}_{\text{C}3}\text{-COX}$ ($\text{R}_{\text{C}3}$ đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, và X đại diện cho nguyên tử halogen) bằng cách sử dụng DMF làm dung môi.

Tiếp theo, hợp chất được đại diện bởi Công thức (c-C2) thu được bằng cách khử hợp chất được đại diện bởi Công thức (c-C1) bằng cách sử dụng thiếc trong rượu (ví dụ, metanol) được axit hóa bằng axit clohydric.

Công thức (c-C) thu được bằng cách cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (c-C2) phản ứng với các alkyl halogenua được đại diện bởi $\text{R}_{\text{C}1}\text{-X}$ và $\text{R}_{\text{C}2}\text{-X}$ ($\text{R}_{\text{C}1}$ và $\text{R}_{\text{C}2}$ độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, và X đại diện cho nguyên tử halogen) bằng cách sử dụng DMF làm dung môi.

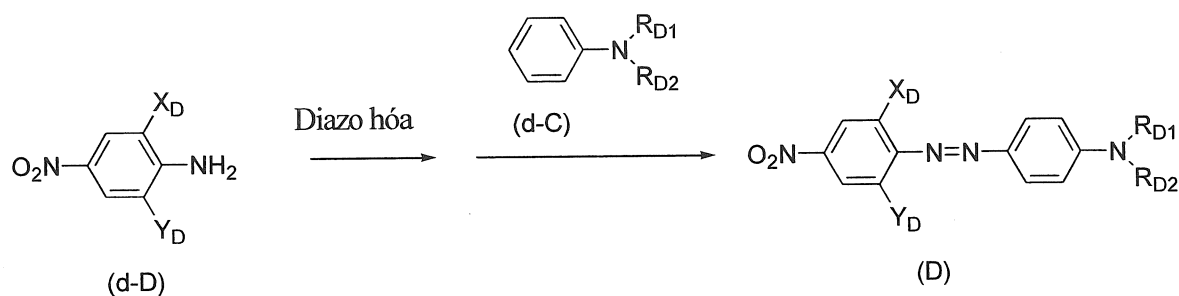
Ngoài ra, $\text{R}_{\text{C}2}$ ($\text{R}_{\text{C}2}$ đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon)

có thể được đưa vào phù hợp với phản ứng đã biết sau khi cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (c-C2) phản ứng với hydrocacbon halogenua được đại diện bởi $R_{C1}-X$ (R_{C1} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, và X đại diện cho nguyên tử halogen). Ví dụ, R_{C2} có thể được đưa vào bằng cách sử dụng $(R_{C2})_2SO_4$.

Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D)

Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức (D) trên đây sẽ được mô tả.

[Công thức hóa học 28]



Hợp chất được đại diện bởi Công thức (D) thu được bằng cách ghép nối hợp chất diazo của dẫn xuất 4-nitroanilin được đại diện bởi Công thức (d-D) (trong đó X_D và Y_D độc lập đại diện cho nguyên tử hydro, nguyên tử halogen, hoặc nhóm xyano) với hợp chất được đại diện bởi Công thức (d-C) (trong đó R_{D1} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, và R_{D2} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon được thế bằng CN (trong đó ít nhất một trong số R_{D1} và R_{D2} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon)).

(i) Diazo hóa hợp chất được đại diện bởi Công thức (d-D)

Trước tiên, hợp chất diazo thu được bằng cách diazo hóa hợp chất được đại diện bởi Công thức (d-D) bằng cách sử dụng tác nhân nitrosat hóa hoặc axit nitrosylsulfuric trong axit khoáng hoặc axit carboxylic hữu cơ với sự có mặt của nước

được thêm vào tùy ý. Các ví dụ về axit carboxylic hữu cơ được sử dụng bao gồm axit axetic và axit propionic. Các ví dụ về axit khoáng bao gồm axit clohydric, axit phosphoric, và axit sulfuric, và tốt hơn là axit sulfuric. Tác nhân nitrosat hóa được sử dụng là nitrit kim loại kiềm như natri nitrit ở dạng rắn hoặc dung dịch nước.

Nhiệt độ phản ứng của diazo hóa tốt hơn là từ -10 đến 40°C , và tốt hơn nữa là từ 0 đến 30°C .

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (d-D) được sử dụng phổ biến và rộng rãi làm nguyên liệu thô của thuốc nhuộm phân tán azo.

(ii) Ghép nối với hợp chất được đại diện bởi Công thức (d-D)

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (D) trên đây thu được bằng cách thêm dung dịch của hợp chất diazo được đại diện bởi Công thức (d-D) trên đây vào dung dịch rượu (ví dụ, metanol) hoặc huyền phù của hợp chất được đại diện bởi Công thức (d-C), ví dụ ở nhiệt độ nằm trong phạm vi từ -5 đến 10°C .

Độ pH của dung dịch hoặc huyền phù của hợp chất được đại diện bởi Công thức (d-C) tốt hơn là có tính axit yếu, và thêm chất đệm như triethylamin hoặc natri axetat có thể có lợi.

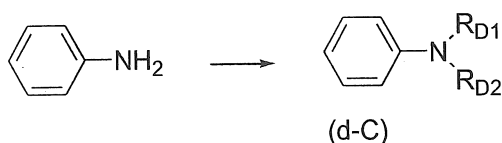
Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D) được làm khô cho đến khi hàm lượng nước trong đó là, ví dụ, $1,0\%$ khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là $0,5\%$ khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là $0,1\%$ khối lượng hoặc nhỏ hơn, trước khi được dùng để nhuộm trong đó cacbon đioxit siêu tới hạn được sử dụng làm môi trường.

(iii) Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức (d-C)

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (d-C) được sử dụng làm nguyên liệu thô

có thể được sản xuất như được mô tả bên dưới.

[Công thức hóa học 29]



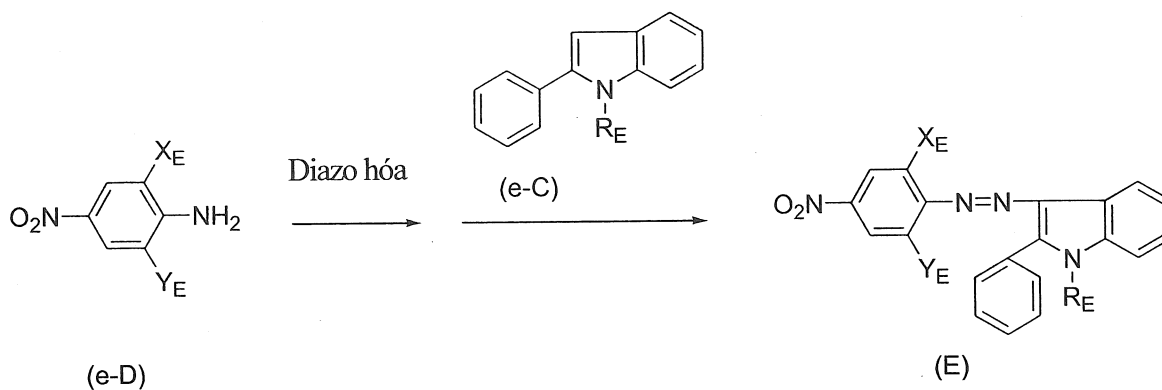
Công thức (d-C) thu được bằng cách cho anilin phản ứng với các alkyl halogenua được đại diện bởi $R_{D1}-X$ và $R_{D2}-X$ (trong đó R_{D1} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, R_{D2} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon được thế bằng CN (trong đó ít nhất một trong số R_{D1} và R_{D2} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon), và X đại diện cho nguyên tử halogen) bằng cách sử dụng DMF làm dung môi.

Ngoài ra, R_{D2} (R_{D2} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon) có thể được đưa vào phù hợp với phản ứng đã biết sau khi cho anilin phản ứng với hydrocacbon halogenua được đại diện bởi $R_{D1}-X$ (R_{D1} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, và X đại diện cho nguyên tử halogen). Ví dụ, R_{D2} có thể được đưa vào bằng cách sử dụng $(R_{D2})_2SO_4$.

Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (E)

Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức (E) trên đây sẽ được mô tả.

[Công thức hóa học 30]



Hợp chất được đại diện bởi Công thức (E) trên đây thu được bằng cách ghép nối hợp chất diazo của dẫn xuất 4-nitroanilin được đại diện bởi Công thức (e-D) (trong đó X_E và Y_E đại diện cho nguyên tử halogen) với hợp chất được đại diện bởi Công thức (e-C) (trong đó R_E đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 18 nguyên tử cacbon).

(i) Diazo hóa hợp chất được đại diện bởi Công thức (e-D)

Trước tiên, hợp chất diazo thu được bằng cách diazo hóa hợp chất được đại diện bởi Công thức (e-D) bằng cách sử dụng tác nhân nitrosat hóa hoặc axit nitrosylsulfuric trong axit khoáng hoặc axit carboxylic hữu cơ với sự có mặt của nước được thêm vào tùy ý. Các ví dụ về axit carboxylic hữu cơ được sử dụng bao gồm axit axetic và axit propionic. Các ví dụ về axit khoáng bao gồm axit clohydric, axit phosphoric, và axit sulfuric, và tốt hơn là axit sulfuric. Tác nhân nitrosat hóa được sử dụng là nitrit kim loại kiềm như natri nitrit ở dạng rắn hoặc dung dịch nước.

Nhiệt độ phản ứng của diazo hóa tốt hơn là từ -10 đến 40°C , và tốt hơn nữa là từ 0 đến 30°C .

Lưu ý rằng hợp chất được đại diện bởi Công thức (e-D) được sử dụng phổ biến và rộng rãi làm nguyên liệu thô của thuốc nhuộm phân tán azo.

(ii) Ghép nối với hợp chất được đại diện bởi Công thức (e-C)

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (E) trên đây thu được bằng cách thêm dung dịch của hợp chất diazo được đại diện bởi Công thức (e-D) trên đây vào dung dịch rượu (ví dụ, metanol) hoặc huyền phù của hợp chất được đại diện bởi Công thức (e-C), ví dụ ở nhiệt độ nằm trong phạm vi từ -5 đến 10°C.

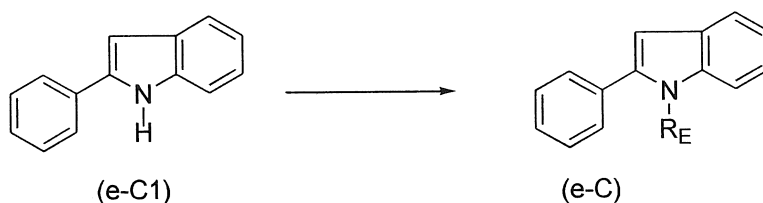
Độ pH của dung dịch hoặc huyền phù của hợp chất được đại diện bởi Công thức (e-C) tốt hơn là có tính axit yếu, và thêm chất đệm như triethylamin hoặc natri axetat có thể có lợi.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (E) được làm khô cho đến khi hàm lượng nước trong đó là, ví dụ, 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 0,5 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 0,1 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, trước khi được dùng để nhuộm trong đó cacbon đioxit siêu tới hạn được sử dụng làm môi trường.

(iii) Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức (e-C)

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (e-C) được sử dụng làm nguyên liệu thô có thể được sản xuất như được mô tả bên dưới.

[Công thức hóa học 31]

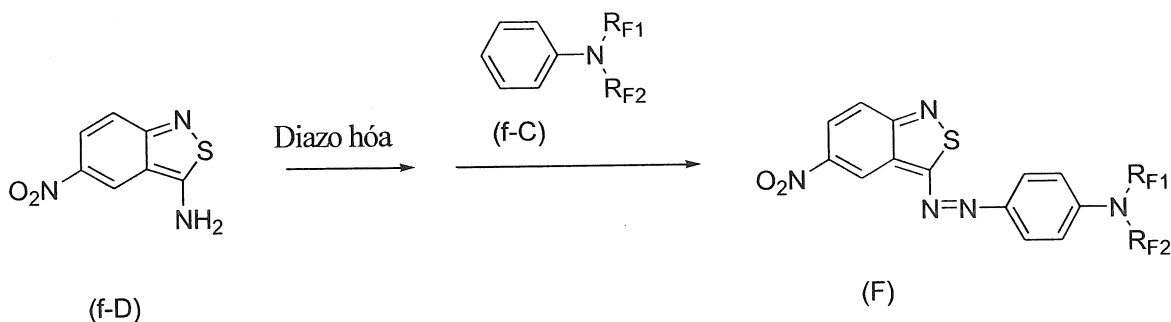


Công thức (e-C) thu được bằng cách cho 2-phenyl-1H-indol được đại diện bởi Công thức (e-C1) phản ứng với alkyl halogenua được đại diện bởi R_{E1}-X (R_{E1} đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 18 nguyên tử cacbon, và X đại diện cho nguyên tử halogen) bằng cách sử dụng DMF làm dung môi.

Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (F)

Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức (F) trên đây sẽ được mô tả.

[Công thức hóa học 32]



Hợp chất được đại diện bởi Công thức (F) trên đây thu được bằng cách ghép nối hợp chất diazo của 3-amino-5-nitro-2,1-benzisothiazol được đại diện bởi Công thức (f-D) với hợp chất được đại diện bởi Công thức (f-C) (trong đó R_{F1} và R_{F2} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon).

(i) Diazo hóa hợp chất được đại diện bởi Công thức (f-D)

Trước tiên, hợp chất diazo thu được bằng cách diazo hóa hợp chất được đại diện bởi Công thức (f-D) bằng cách sử dụng tác nhân nitrosat hóa hoặc axit nitrosylsulfuric trong axit khoáng hoặc axit carboxylic hữu cơ với sự có mặt của nước được thêm vào tùy ý. Các ví dụ về axit carboxylic hữu cơ được sử dụng bao gồm axit axetic và axit propionic. Các ví dụ về axit khoáng bao gồm axit clohydric, axit phosphoric, và axit sulfuric, và tốt hơn là axit sulfuric. Tác nhân nitrosat hóa được sử dụng là nitrit kim loại kiềm như natri nitrit ở dạng rắn hoặc dung dịch nước.

Nhiệt độ phản ứng của diazo hóa tốt hơn là từ -10 đến 15°C, và tốt hơn nữa là từ -5 đến 10°C.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (f-D) được sử dụng phổ biến và rộng rãi làm nguyên liệu thô của thuốc nhuộm phân tán azo.

(ii) Ghép nối với hợp chất được đại diện bởi Công thức (f-C)

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (F) trên đây thu được bằng cách thêm dung dịch của hợp chất diazo được đại diện bởi Công thức (f-D) trên đây vào dung dịch rượu (ví dụ, metanol) hoặc huyền phù của hợp chất được đại diện bởi Công thức (f-C), ví dụ ở nhiệt độ nằm trong phạm vi từ -5 đến 10°C.

Độ pH của dung dịch hoặc huyền phù của hợp chất được đại diện bởi Công thức (f-C) tốt hơn là có tính axit yếu, và thêm chất đệm như triethylamin hoặc natri axetat có thể có lợi.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (F) được làm khô cho đến khi hàm lượng nước trong đó là, ví dụ, 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 0,5 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 0,1 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, trước khi được dùng để nhuộm trong đó cacbon đioxit siêu tới hạn được sử dụng làm môi trường.

(iii) Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức (f-C)

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (f-C) được sử dụng làm nguyên liệu thô có thể được sản xuất như được mô tả bên dưới.

[Công thức hóa học 33]



Công thức (f-C) thu được bằng cách cho anilin phản ứng với các alkyl halogenua được đại diện bởi $R_{F1}-X$ và $R_{F2}-X$ (R_{F1} và R_{F2} độc lập đại diện cho nhóm

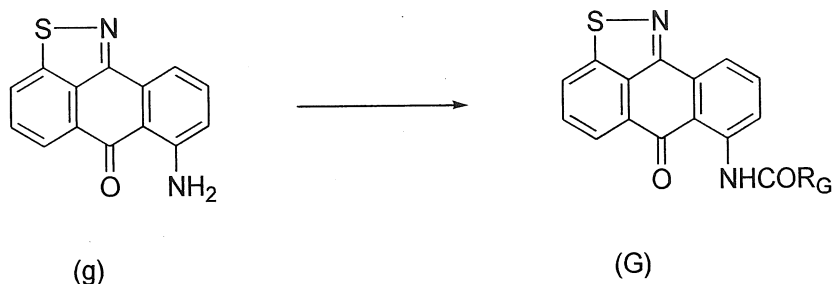
alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon, và X đại diện cho nguyên tử halogen) bằng cách sử dụng DMF làm dung môi.

Ngoài ra, R_{F2} (R_{F2} đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon) có thể được đưa vào phù hợp với phản ứng đã biết sau khi cho anilin phản ứng với hydrocacbon halogenua được đại diện bởi $R_{F1}-X$ (R_{F1} đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon, và X đại diện cho nguyên tử halogen). Ví dụ, R_{F2} có thể được đưa vào bằng cách sử dụng $(R_{F2})_2SO_4$.

Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (G)

Phương pháp sản xuất hợp chất được đại diện bởi Công thức (G) trên đây sẽ được mô tả.

[Công thức hóa học 34]



Hợp chất được đại diện bởi Công thức (G) thu được bằng cách cho 5-amino-anthra[9,1-cd]isothiazol-6-on được đại diện bởi Công thức (G) phản ứng với axit carboxylic halogenua được đại diện bởi R_G-COX (R_G đại diện cho nhóm alkyl có từ 7 đến 18 nguyên tử cacbon, và X đại diện cho nguyên tử halogen) trong dung môi trơ như toluen, xylen, hoặc clobenzen.

Nhiệt độ phản ứng tốt hơn là từ 80°C đến 140°C, và tốt hơn nữa là từ 110 đến 140°C.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức (G) được sử dụng phổ biến và rộng rãi

làm nguyên liệu thô của thuốc nhuộm phân tán đa vòng.

Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (G) được làm khô cho đến khi hàm lượng nước trong đó là, ví dụ, 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 0,5 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 0,1 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, trước khi được dùng để nhuộm trong đó cacbon đioxit siêu tới hạn được sử dụng làm môi trường.

Thuốc nhuộm để nhuộm sợi polyolefin với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn

Các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung từ (A) đến (G) có trong thuốc nhuộm để nhuộm sợi polyolefin theo sáng chế là màu xanh lam, tím, đỏ, cam, hoặc vàng. Thuốc nhuộm có thể chỉ chứa một trong các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung từ (A) đến (G) hoặc hai hoặc nhiều hợp chất trong số chúng. Khi thuốc nhuộm chứa hai hoặc nhiều hợp chất trong số các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung từ (A) đến (G), thuốc nhuộm để nhuộm sợi polyolefin có nhiều màu sắc khác nhau hoặc màu đen có thể thu được.

Thuốc nhuộm để nhuộm sợi polyolefin có màu đen tốt hơn là chứa: ít nhất một trong số các hợp chất thuốc nhuộm màu tím hoặc xanh lam bao gồm một hoặc nhiều loại được lựa chọn từ nhóm bao gồm các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A), các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (B), các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C), và các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (F), hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ bao gồm một hoặc nhiều loại được lựa chọn từ nhóm bao gồm các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C) và các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D), và ít nhất một trong các hợp chất thuốc nhuộm màu vàng

hoặc cam bao gồm một hoặc nhiều loại được lựa chọn từ nhóm bao gồm các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D), các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (E), và các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (G); tốt hơn là ít nhất một trong các hợp chất thuốc nhuộm màu tím hoặc xanh lam bao gồm một hoặc nhiều loại được lựa chọn từ nhóm bao gồm các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A), các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (B), và các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (F), hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ là hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C), và hợp chất thuốc nhuộm màu da cam bao gồm một hoặc nhiều loại được lựa chọn từ nhóm bao gồm các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D) và các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (E); và thậm chí tốt hơn là hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam là hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A), hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ là hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C), và hợp chất thuốc nhuộm màu da cam là hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D).

Bảng 1

Thuốc nhuộm để nhuộm sợi polyolefin có màu đen

	Hợp chất thuốc nhuộm màu tím hoặc xanh lam	Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ	Hợp chất thuốc nhuộm màu vàng hoặc cam
Tốt hơn	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A)	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C)	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D)
	Hợp chất được đại	Hợp chất được đại	Hợp chất được đại

	diện bởi Công thức chung B Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C) Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (F)	diện bởi Công thức chung (D)	diện bởi Công thức chung (E) Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (G)
Tốt hơn nữa	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A) Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung B Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (F)	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C)	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D) Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (E)
Thậm chí còn tốt hơn nữa	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A)	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C)	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D)

Về chế phẩm hợp chất thuốc nhuộm cho thuốc nhuộm để nhuộm sợi polyolefin có màu đen, tốt hơn là tỷ lệ trộn của hợp chất thuốc nhuộm màu tím hoặc xanh lam nằm trong phạm vi từ 30 đến 70 % khối lượng, tỷ lệ trộn của hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ

nằm trong phạm vi từ 5 đến 25 % khối lượng, và tỷ lệ trộn của hợp chất thuốc nhuộm màu vàng hoặc cam nằm trong phạm vi từ 15 đến 55 % khối lượng, và tốt hơn nữa là tỷ lệ trộn của hợp chất thuốc nhuộm màu tím hoặc xanh lam nằm trong phạm vi từ 40 đến 60 % khối lượng, tỷ lệ trộn của hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ nằm trong phạm vi từ 5 đến 25 % khối lượng, và tỷ lệ trộn của hợp chất thuốc nhuộm màu vàng hoặc cam nằm trong phạm vi từ 25 đến 45 % khối lượng.

Bảng 2

Tỷ lệ trộn

	Hợp chất thuốc nhuộm màu tím hoặc xanh lam	Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ	Hợp chất thuốc nhuộm màu vàng hoặc cam
	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A)	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C)	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D)
	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (B)	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D)	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (E)
	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C)		Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (G)
	Hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (F)		
Tốt hơn	Từ 30 đến 70 %	Từ 5 đến 25 % khối	Từ 15 đến 55 %

	khối lượng	lượng	khối lượng
Tốt hơn nữa	Từ 40 đến 60 % khối lượng	Từ 5 đến 25 % khối lượng	Từ 25 đến 45 % khối lượng

Thuốc nhuộm theo sáng chế có thể còn chứa chất phụ gia. Các ví dụ về chất phụ gia bao gồm chất trợ màu, chất phân tán, chất độn, chất ổn định, chất làm dẻo, chất tạo màng tinh thể, chất điều chỉnh, chất tạo bột, chất hấp thụ tia cực tím, chất ổn định ánh sáng, chất chống oxy hóa, chất kháng khuẩn, chất chống đông cứng, chất chống tĩnh điện, chất chống cháy, chất độn vô cơ và chất đàn hồi để cải thiện khả năng chống va đập.

Các ví dụ về sợi polyolefin đích sẽ được nhuộm bằng cách sử dụng thuốc nhuộm theo sáng chế bao gồm các sợi được tạo thành từ các polyme được chọn từ các homopolyme của các α -olefin như propylen, etylen, 1-buten, 3-metyl-1-buten, 4-metyl-1-penten, và 1-octen, copolyme của các α -olefin này, và copolyme của các α -olefin này và các monome không no có thể đồng trùng hợp với các α -olefin này. Các ví dụ về loại copolyme bao gồm copolyme khối, copolyme ngẫu nhiên, và copolyme ghép. Các ví dụ cụ thể về polyme bao gồm: các loại nhựa trên cơ sở polypropylen như propylen homopolyme, copolyme dạng khối propylen-etylen, copolyme ngẫu nhiên propylen-etylen, và copolyme propylen-etylen-(1-buten); các loại nhựa trên cơ sở polyetylen như polyetylen tỷ trọng thấp, polyetylen tỷ trọng trung bình, polyetylen tỷ trọng cao, polyetylen thẳng tỷ trọng thấp, copolyme etylen-vinyl axetat, và copolyme etylen-etyl acrylat; poly(1-buten); và poly(4-metyl-1-penten).

Các polyme có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại để

tạo thành sợi polyolefin.

Sợi polyolefin đóng vai trò như đích nhuộm cần nhuộm bằng cách sử dụng thuốc nhuộm theo sáng chế tốt hơn được tạo thành từ nhựa polypropylen và/hoặc nhựa polyetylen, và tốt hơn nữa là nhựa trên cơ sở polypropylen.

Hình dạng của sợi polyolefin đóng vai trò như đích nhuộm cần nhuộm bằng cách sử dụng thuốc nhuộm theo sáng chế có thể, ví dụ, ở dạng khối (ví dụ, sản phẩm đúc), màng, sợi (ví dụ: vải (vải dệt, vải dệt kim, vải không dệt, v.v.), hoặc sợi (sợi dây tóc, sợi kéo thành sợi, sợi rạch, sợi tách, v.v.)), hoặc tương tự, và tốt hơn là ở dạng sợi.

Sợi polyolefin đóng vai trò như đích nhuộm cần nhuộm bằng cách sử dụng thuốc nhuộm theo sáng chế có thể là sợi được tạo thành bằng cách, ví dụ, trộn hoặc nối thành phần polyme khác với nhựa polypropylen và/hoặc nhựa polyetylen. Sợi polyolefin có thể được tạo thành bằng cách, ví dụ, trộn lẫn hoặc kết hợp với sợi khác làm bằng polyester hoặc tương tự với sợi polypropylen.

Phương pháp nhuộm sợi polyolefin với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn

Sáng chế đề xuất phương pháp nhuộm để nhuộm sợi polyolefin với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn, và phương pháp bao gồm bước nhuộm để nhuộm sợi polyolefin bằng cách sử dụng thuốc nhuộm theo sáng chế với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn. Trong phương pháp nêu trên, cacbon đioxit siêu tới hạn được sử dụng làm môi trường nhuộm.

Các phương pháp nhuộm trong đó cacbon đioxit siêu tới hạn được sử dụng làm môi trường nhuộm đã thu hút sự chú ý như một phương pháp nhuộm thân thiện với

môi trường hơn so với các phương pháp nhuộm thông thường trong đó nước được sử dụng làm môi trường nhuộm. Lý do cho điều này như sau, ví dụ: không có nước thải được tạo ra bởi vì không có nước được sử dụng trong quá trình nhuộm và không cần thực hiện bước giặt; không cần sử dụng chất trợ nhuộm; thời gian nhuộm có thể được giảm bớt; và cacbon đioxit được sử dụng làm môi trường nhuộm có thể tái sử dụng.

Cacbon đioxit siêu tới hạn là chất ưa béo, và cả thuốc nhuộm theo sáng chế và nhựa trên cơ sở polyolefin cũng là chất ưa béo. Do đó, môi trường nhuộm, thuốc nhuộm, và đích nhuộm có ái lực cao với nhau và kết quả là, có thể thu được các sản phẩm nhuộm chất lượng cao.

Bước nhuộm của phương pháp theo sáng chế tốt hơn là được thực hiện ở nhiệt độ 31°C hoặc cao hơn và áp suất là 7,4 MPa hoặc lớn hơn. Lý do cho điều này là nhiệt độ nhuộm và áp suất nhuộm cần phải cao hơn hoặc bằng điểm tới hạn (31°C, 7,4 MPa) của cacbon đioxit được sử dụng làm môi trường nhuộm.

Trong bước nhuộm, nhiệt độ nhuộm được xác định chủ yếu tùy thuộc vào loại nhựa được sử dụng để tạo thành sợi đích nhuộm. Nhiệt độ nhuộm thường nằm trong phạm vi từ 60 đến 180°C, và tốt hơn là nằm trong phạm vi từ 80 đến 160°C.

Trong bước nhuộm, áp suất nhuộm được xác định chủ yếu tùy thuộc vào loại nhựa được sử dụng để tạo thành sợi đích nhuộm. Áp suất nhuộm thường nằm trong phạm vi từ khoảng 7,4 đến 40,0 MPa, và tốt hơn là nằm trong phạm vi từ 20 đến 30 MPa.

Trong bước nhuộm, thời gian nhuộm được xác định tùy thuộc vào loại nhựa được sử dụng để tạo thành sợi đích nhuộm, và nhiệt độ nhuộm. Thời gian nhuộm

thường là khoảng từ 10 đến 120 phút, và tốt hơn là từ 30 đến 90 phút.

Trong bước nhuộm, nồng độ thuốc nhuộm tương ứng với sợi tùy thuộc vào loại và trạng thái xử lý của sợi đích nhuộm. Khi sợi đích nhuộm ở dạng sợi, nồng độ thuốc nhuộm tương ứng với sợi là từ 0,1 đến 6,0 % o.m.f. (trên khối lượng sợi), và tốt hơn là từ 0,1 đến 4,0 % o.m.f.

Trong phương pháp nhuộm theo sáng chế, tỷ lệ dung dịch thuốc nhuộm (tỷ lệ khối lượng giữa đích nhuộm và cacbon đioxit) tùy thuộc vào loại và trạng thái xử lý đích nhuộm. Tỷ lệ dung dịch thuốc nhuộm thường là 1:2 đến 1:100, và tốt hơn là 1:5 đến 1:75. Khi đích nhuộm là vải polypropylen quấn quanh ống sợi trụ thích hợp, tỷ lệ dung dịch thuốc nhuộm tương đối thấp trong phương pháp nhuộm theo sáng chế, và là, ví dụ, 1:2 đến 1:5.

Sáng chế đề xuất sợi polyolefin được nhuộm bằng phương pháp nhuộm theo sáng chế. Các ví dụ về ứng dụng của sợi polyolefin bao gồm: các mặt hàng y phục như quần áo, đồ lót, mũ, tất, găng tay, và đồ thể thao; các vật liệu nội thất xe cộ như vật liệu ghế ngồi; và hàng nội thất như thảm, rèm, thảm, ghế sofa vỏ bọc và vỏ bọc đệm.

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả cụ thể hơn bằng các ví dụ, nhưng các khía cạnh của sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ này.

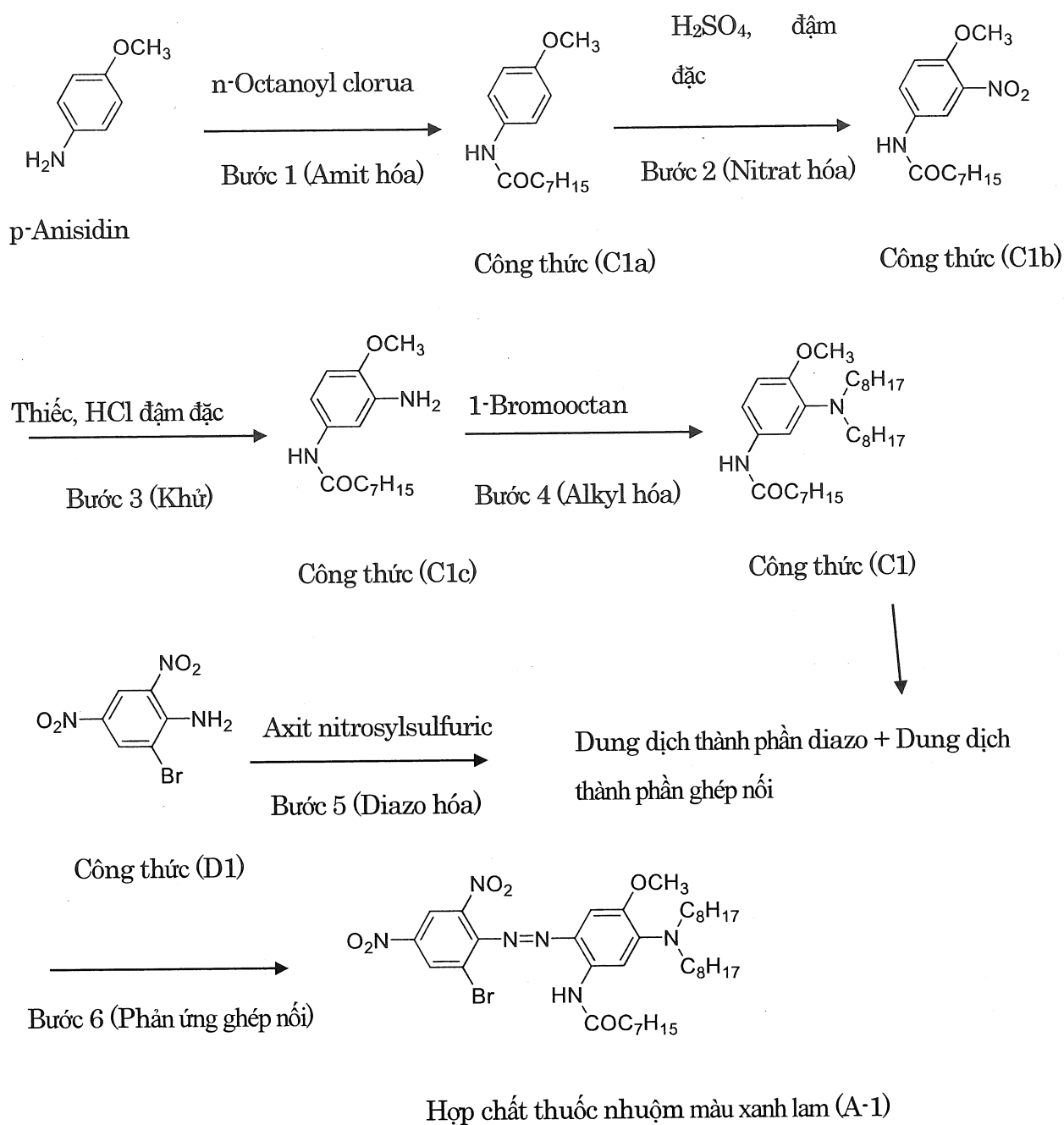
Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ tổng hợp 1

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-1)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-1) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 35]



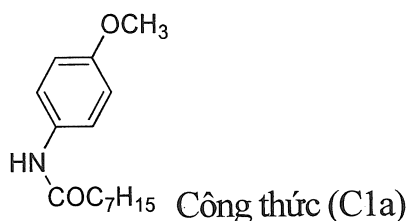
1-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối (C1) và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

p-Anisidin (sản phẩm có sẵn trên thị trường đã được mua) (24,6 g) được hòa tan trong DMF (35 g), và pyridin (19 g) được nhỏ giọt vào dung dịch thu được.

N-Octanoyl clorua (sản phẩm có sẵn trên thị trường đã được mua) (34,2 g) được nhỏ giọt vào dung dịch, và sau đó dung dịch được làm nóng đến 110°C và khuấy trong 1 giờ. Dung dịch được làm mát đến nhiệt độ phòng, và sau đó axit clohydric 2 M (150 ml) được thêm vào đó để tạo thành kết tủa. Hỗn hợp này được lọc, và phần cặn được rửa bằng nước và làm khô. Do đó, thu được N-(4-metoxyphenyl) octanamit được đại diện bởi Công thức (C1a) bên dưới (53,1 g; hiệu suất: 106,5%) dưới dạng sản phẩm thô.

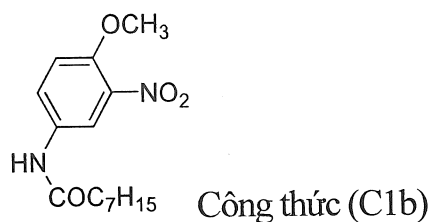
[Công thức hóa học 36]



Bước 2

N-(4-metoxyphenyl) octanamit thu được ở Bước 1 trên đây (12,5 g) được thêm dần vào axit sulfuric đậm đặc (30 g) được làm lạnh đến 5°C, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 5 đến 10°C. Axit nitric đậm đặc (4,57 g) được nhỏ giọt vào hỗn hợp này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 5 đến 10°C trong hơn 1 giờ, và sau đó hỗn hợp thu được được khuấy ở cùng nhiệt độ trong 1 giờ. Hỗn hợp phản ứng này được lọc trong nước đá (150 g), và etyl axetat (100 g) được thêm vào đó để chiết xuất pha hữu cơ. Phần chiết này được rửa bằng dung dịch muối bão hòa, và sau đó dung môi được chưng cất dưới áp suất giảm. Do đó, thu được N-(3-nitro-4-metoxyphenyl) octanamit được đại diện bởi Công thức (C1b) bên dưới (16,9 g; hiệu suất: 114,8%) dưới dạng sản phẩm thô.

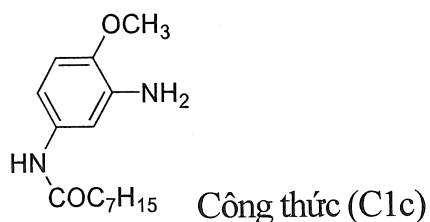
[Công thức hóa học 37]



Bước 3

Hỗn hợp của N-(3-nitro-4-methoxyphenyl) octanamid thu được ở Bước 2 bên dưới (16,9 g), thiếc (8,9 g), và metanol (7,5 g) được làm lạnh đến 5°C. Axit clohydric đậm đặc (31,4 g) được nhỏ giọt vào hỗn hợp này trong vòng 1 giờ, và sau đó hỗn hợp thu được được làm nóng đến nhiệt độ 75 đến 80°C và được khuấy trong 40 phút. Hỗn hợp phản ứng được làm lạnh đến 10°C, và sau đó 48% dung dịch nước của natri hydroxit (55,2 ml) được thêm dần vào đó ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 20°C. Hỗn hợp này được lọc, và phần cặn được rửa bằng nước và làm khô. Do đó, thu được N-(3-amino-4-methoxyphenyl) octanamid được đại diện bởi Công thức (C1c) bên dưới (9,19 g; hiệu suất: 69,5%).

[Công thức hóa học 38]

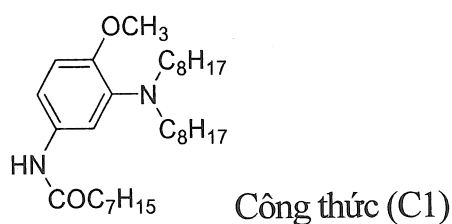


Bước 4

Hỗn hợp của N-(3-amino-4-methoxyphenyl) octanamid thu được ở Bước 3 trên đây (13,2 g), triethylamin (15 g), DMF (15 g), và 1-bromooctan (sản phẩm có sẵn trên thị

trường đã được mua) (38,6 g) được làm nóng đến 120°C và sau đó được khuấy ở cùng nhiệt độ trong 3 giờ. Do đó, thu được N-[3-(N,N-dioctylamino)-4-metoxyphenyl] octanamit được đại diện bởi Công thức (C1) bên dưới. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C1).

[Công thức hóa học 39]

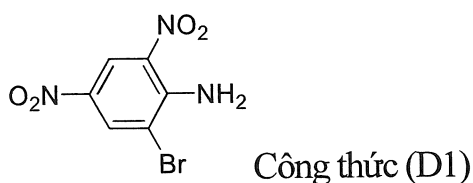


1-B. Chuẩn bị dung dịch thành phần diazo

Bước 5

2-Bromo-4,6-dinitroanilin được đại diện bởi Công thức (D1) bên dưới (13,1 g) được thêm từ từ vào hỗn hợp của axit sulfuric đậm đặc (16 g) và axit nitrosylsulfuric 43% (12,8 g) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 25 đến 30°C. Hỗn hợp này được khuấy ở 30 đến 40°C trong 2 giờ. Do đó, thu được dung dịch thành phần diazo.

[Công thức hóa học 40]

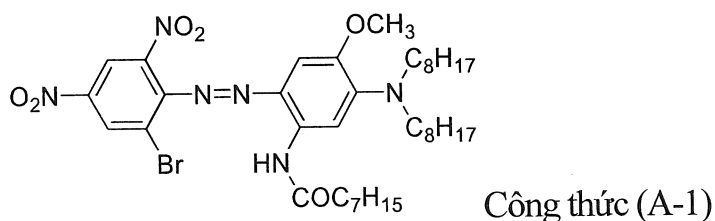


1-C. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-1) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 6

Phản ứng ghép nối được thực hiện bằng cách nhỏ giọt dung dịch thành phần diazo thu được ở Bước 5 trên đây vào dung dịch thành phần ghép nối thu được ở Bước 4 trên đây ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong hơn 2 giờ trong khi thêm triethylamin (84 g) khi thích hợp. Hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong 30 phút, và sau đó sản phẩm được tách khỏi hỗn hợp phản ứng này bằng cách lọc, được rửa bằng metanol, được rửa bằng nước, và sau đó được làm khô ở 60°C cho đến khi hàm lượng nước là 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn. Do đó, thu được hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-1) bên dưới (5,93 g; hiệu suất: 15,5%). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 761 (M^+)).

[Công thức hóa học 41]

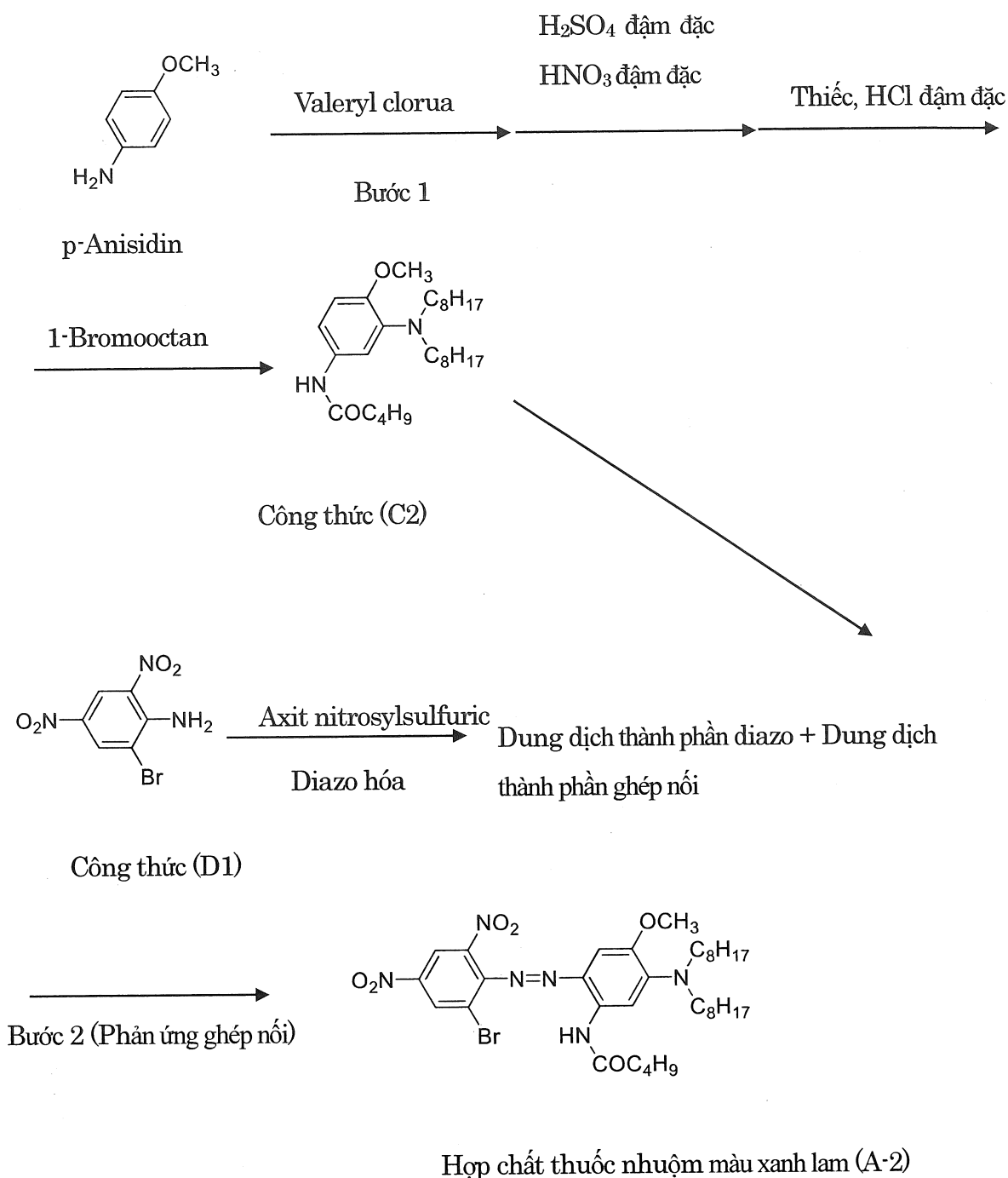


Ví dụ tổng hợp 2

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-2)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-2) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 42]



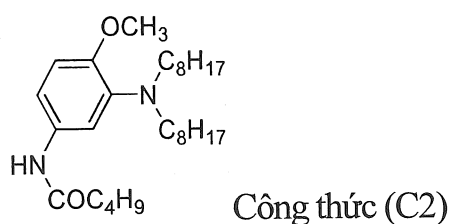
2-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối (C2) và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dioctylamino)-4-methoxyphenyl]pentanamid được đại diện bởi Công

thức (C2) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ valeryl clorua (25,3 g) được sử dụng thay cho n-octanoyl clorua ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 1. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C2).

[Công thức hóa học 43]

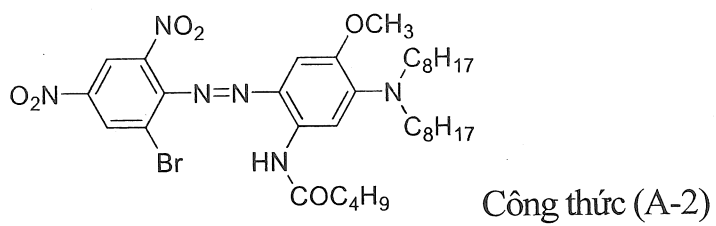


2-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-2) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-2) bên dưới (8,03 g; hiệu suất: 22,3%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C2) thu được ở Bước 1 được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 719 (M^+)).

[Công thức hóa học 44]

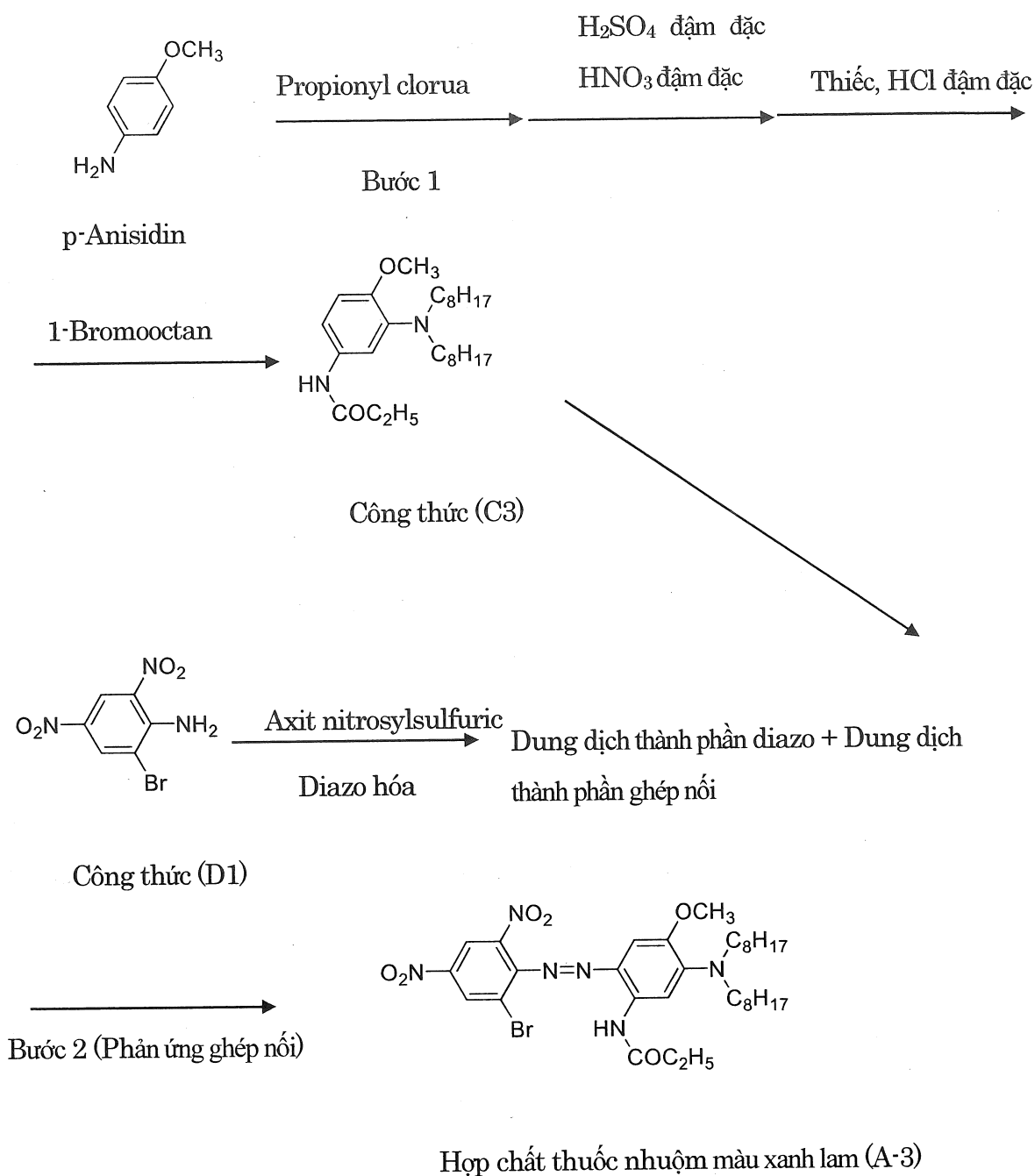


Ví dụ tổng hợp 3

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-3)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-3) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 45]



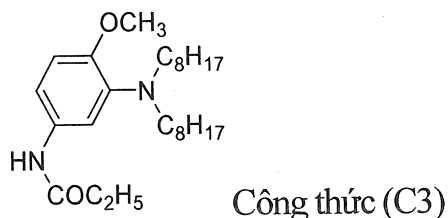
3-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối (C3) và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dioctylamino)-4-metoxypheyl]propanamit được đại diện bởi Công thức (C3) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ propionyl clorua (19,4 g) được sử dụng thay cho n-octanoyl

clorua ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 1. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C3).

[Công thức hóa học 46]

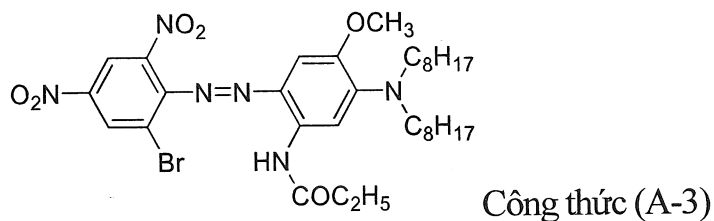


3-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-3) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-3) bên dưới (5,85 g; hiệu suất: 16,9%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C3) thu được ở Bước 1 được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 691 (M^+)).

[Công thức hóa học 47]

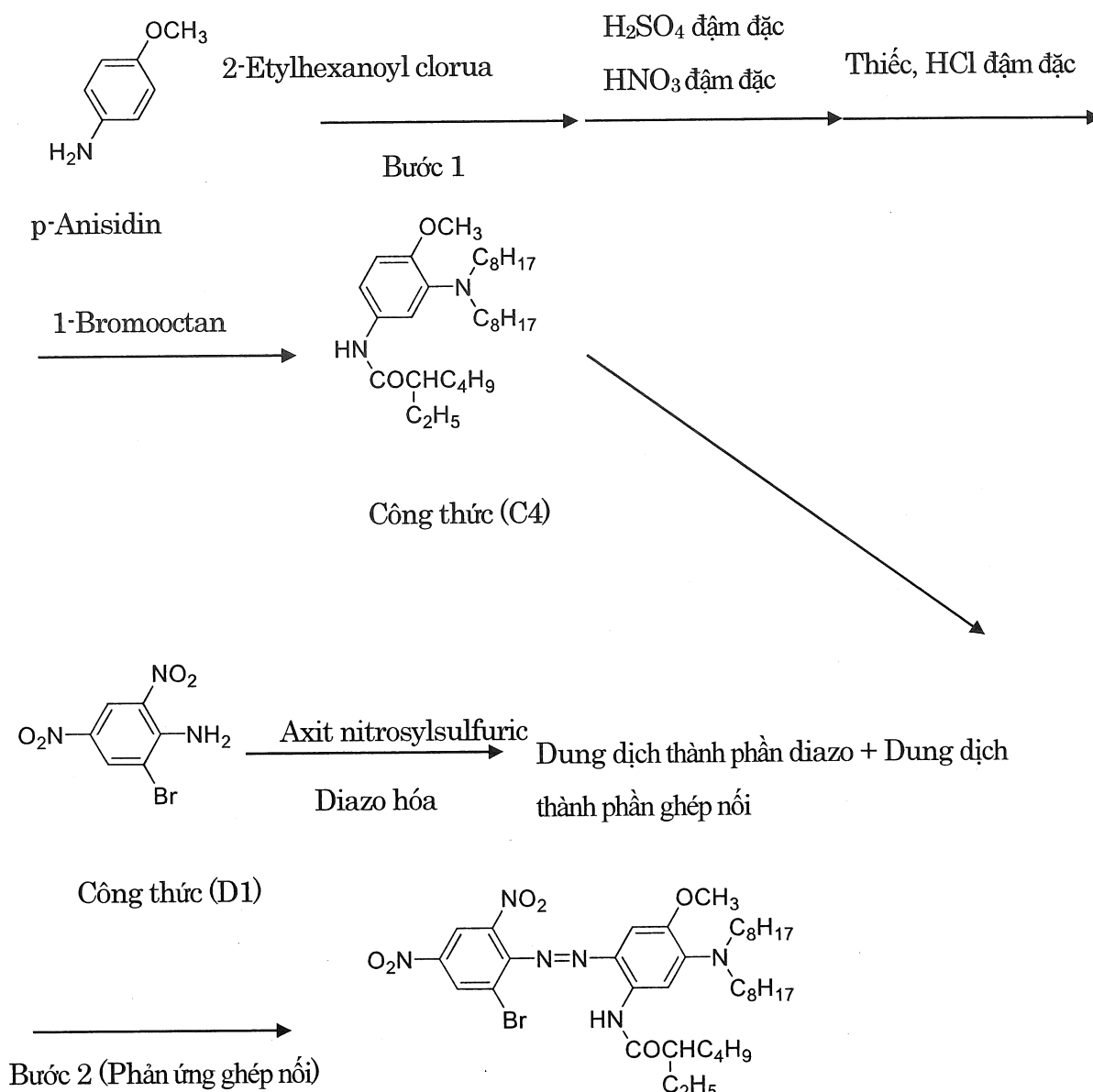


Ví dụ tổng hợp 4

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-4)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-4) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 48]



Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-4)

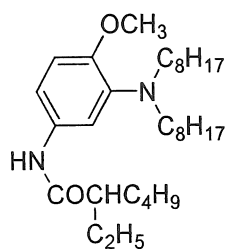
4-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C4 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép

nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dioctylamino)-4-metoxypheyl]-2-etylhexanamit được đại diện bởi Công thức (C4) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ 2-etylhexanoyl clorua (34,2 g) được sử dụng thay cho n-octanoyl clorua ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 1. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C4).

[Công thức hóa học 49]



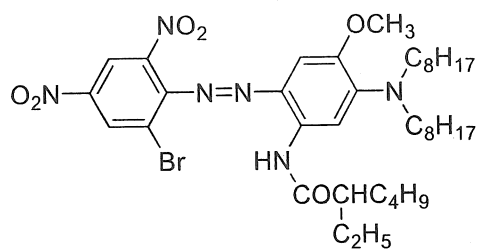
Công thức (C4)

4-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-4) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-4) bên dưới (9,63 g; hiệu suất: 25,3%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C4) thu được ở Bước 1 được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 761 (M^+)).

[Công thức hóa học 50]



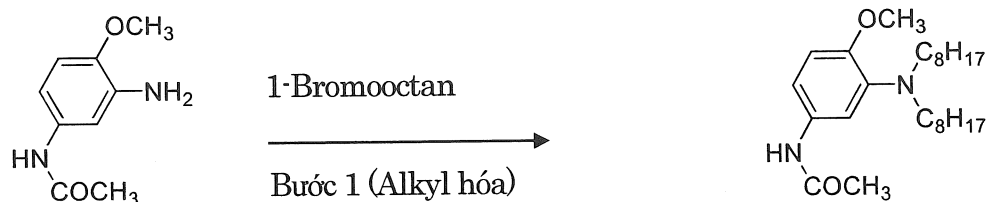
Công thức (A-4)

Ví dụ tổng hợp 5

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-5)]

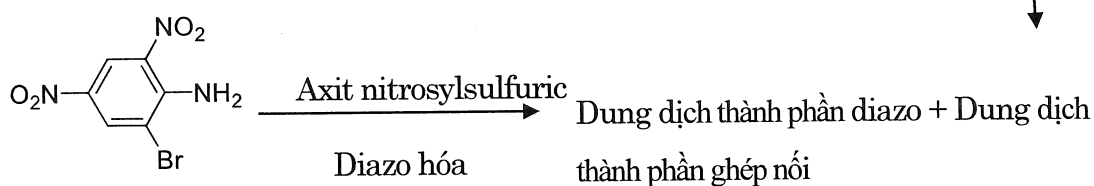
Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-5) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 51]

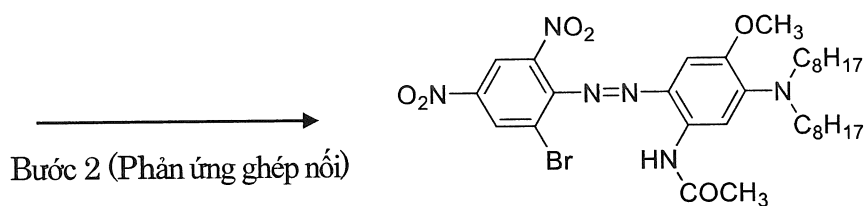


N-(3-amino-4-methoxyphenyl) axetamit

Công thức (C5)



Công thức (D1)



Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-5)

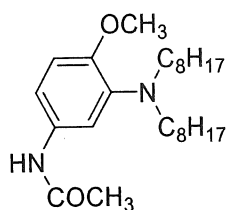
5-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C5 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép

nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dioctylamino)-4-metoxyphenyl]axetamit được đại diện bởi Công thức (C5) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ N-(3-amino-4-metoxyphenyl)axetamit (sản phẩm có sẵn trên thị trường đã được mua) (9,0 g) được sử dụng thay cho N-(3-amino-4-metoxyphenyl)octanamit ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C5).

[Công thức hóa học 52]



Công thức (C5)

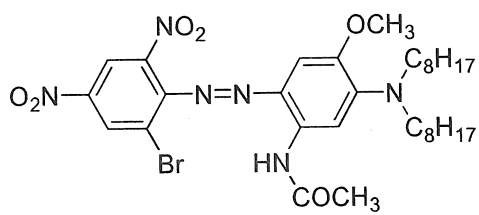
5-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-5) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-5) bên dưới (20,3 g; hiệu suất: 60,0%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C5) thu được ở Bước 1 được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được

xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 677 (M^+)).

[Công thức hóa học 53]



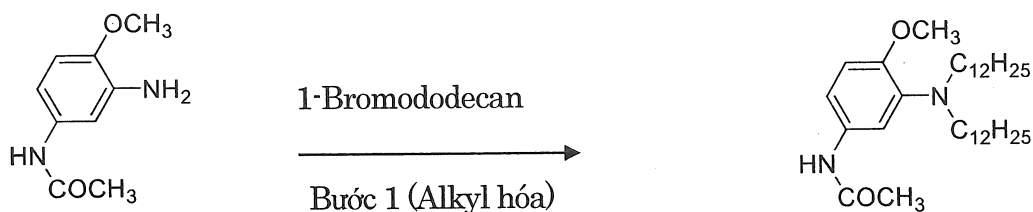
Công thức (A-5)

Ví dụ tổng hợp 6

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-6)]

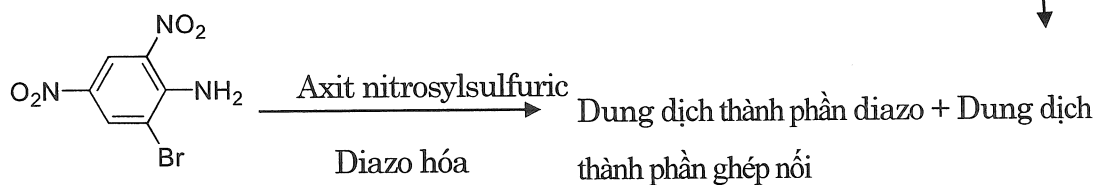
Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-6) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 54]

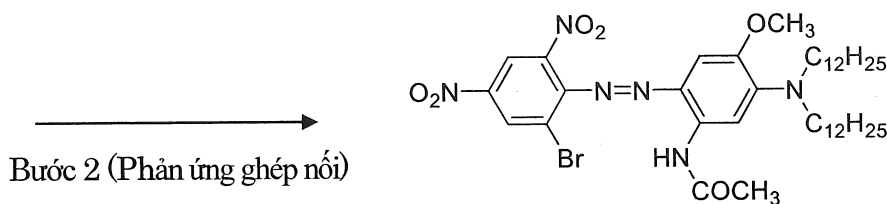


N-(3-amino-4-metoxypheyl) axetamit

Công thức (C6)



Công thức (D1)



Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-6)

6-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối (C6) và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

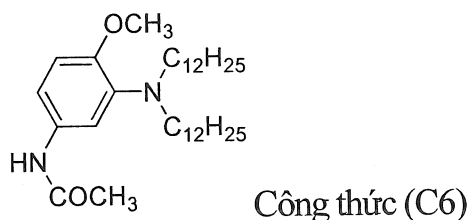
Bước 1

N-[3-(N,N-didodecylamino)-4-metoxypheyl]axetamit được đại diện bởi Công thức (C6) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ 1-bromododecan (49,8 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan và N-(3-amino-4-metoxypheyl) axetamit (9,0 g) được sử dụng thay cho N-(3-amino-4-metoxypheyl) octanamit ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1. Metanol (30

g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C.

Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C6).

[Công thức hóa học 55]

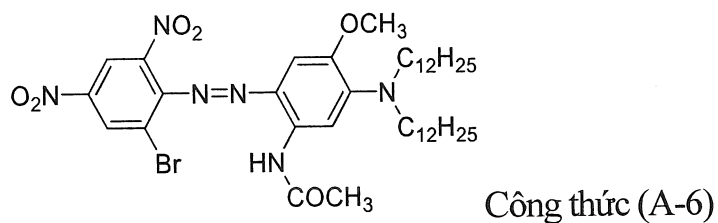


6-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-6) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-6) bên dưới (19,3 g; hiệu suất: 48,9%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C6) thu được ở Bước 1 được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 789 (M^+)).

[Công thức hóa học 56]

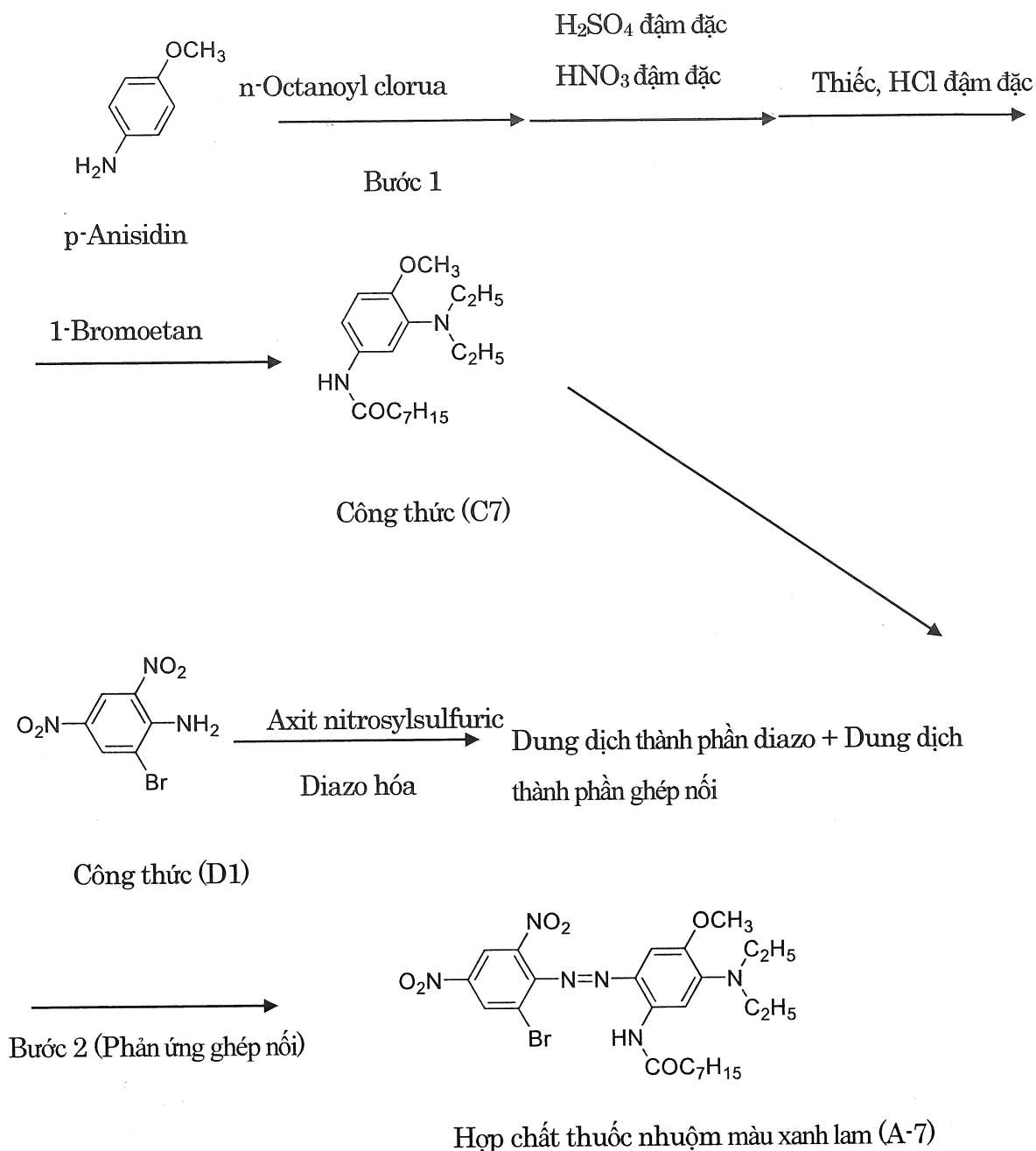


Ví dụ tổng hợp 7

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-7)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-7) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 57]



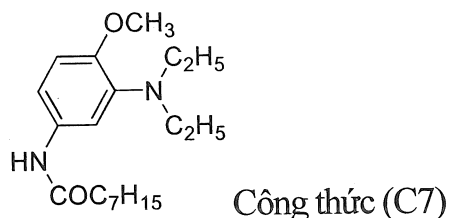
7-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C7 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-diethylamino)-4-metoxypheyl]octanamit được đại diện bởi Công thức (C7) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ 1-bromoetan (27,3 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan ở Bước 4 của Ví

dự tổng hợp 1. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C7).

[Công thức hóa học 58]

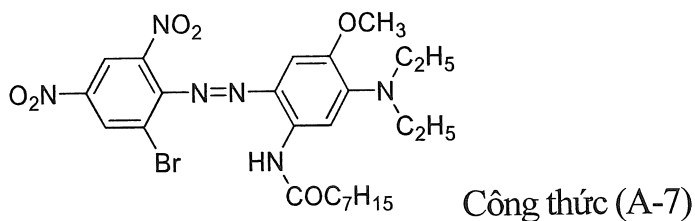


7-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-7) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-7) bên dưới (7,71 g; hiệu suất: 26,0%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C7) thu được ở Bước 1 được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 593 (M^+)).

[Công thức hóa học 59]

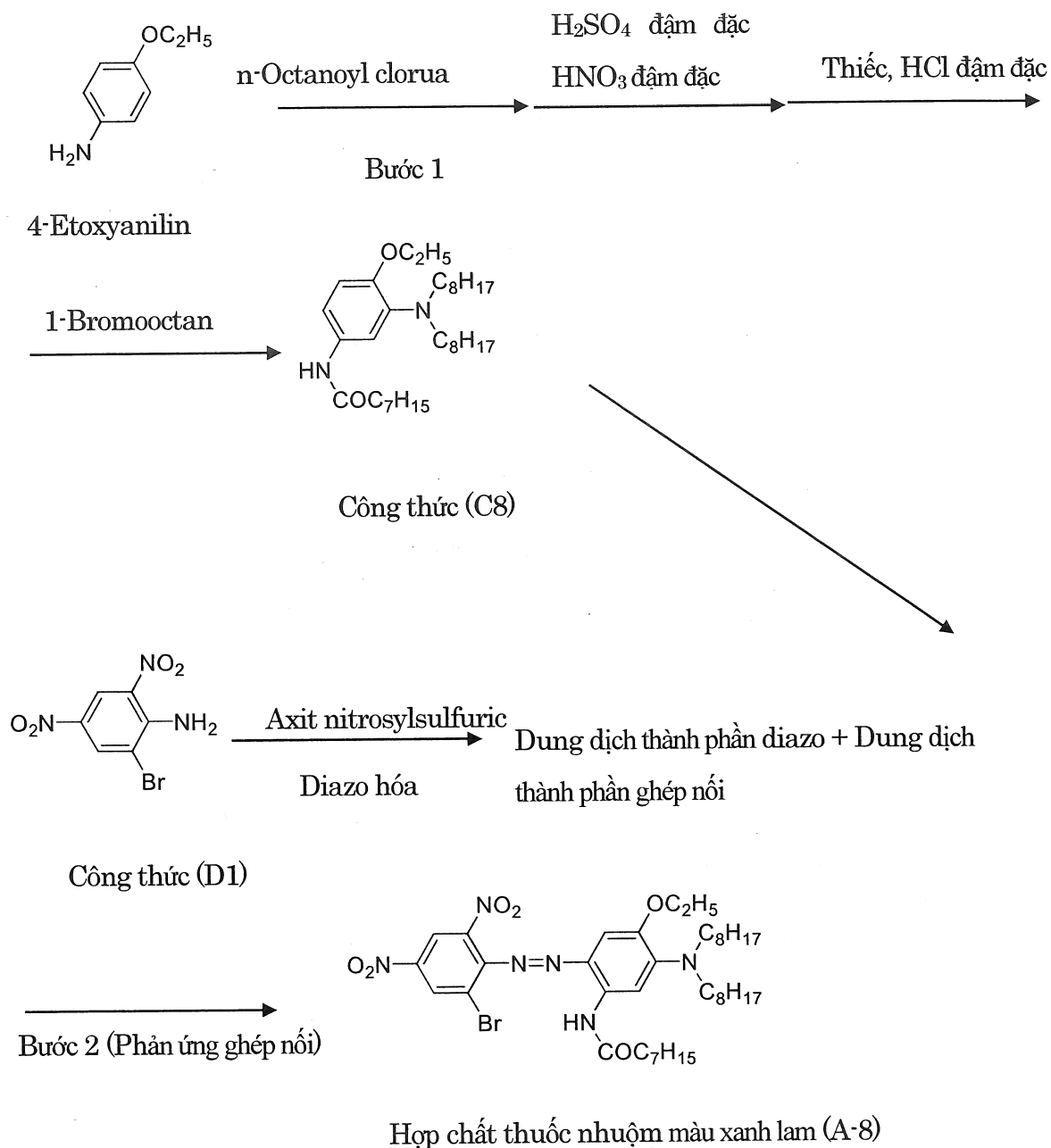


Ví dụ tổng hợp 8

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-8)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-8) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 60]

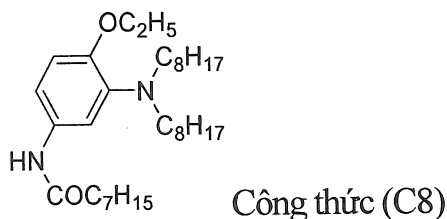


8-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C8 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dioctylamino)-4-etoxyphenyl]octanamit được đại diện bởi Công thức (C8) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ 4-etoxyanilin (27,4 g) được sử dụng thay cho p-anisidin ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 1. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C8).

[Công thức hóa học 61]

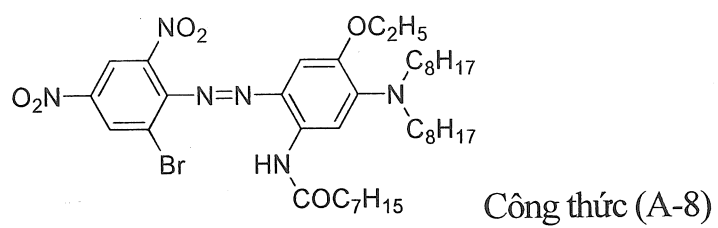


8-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-8) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-8) bên dưới (4,50 g; hiệu suất: 11,6%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C8) thu được ở Bước 1 được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 775 (M^+)).

[Công thức hóa học 62]

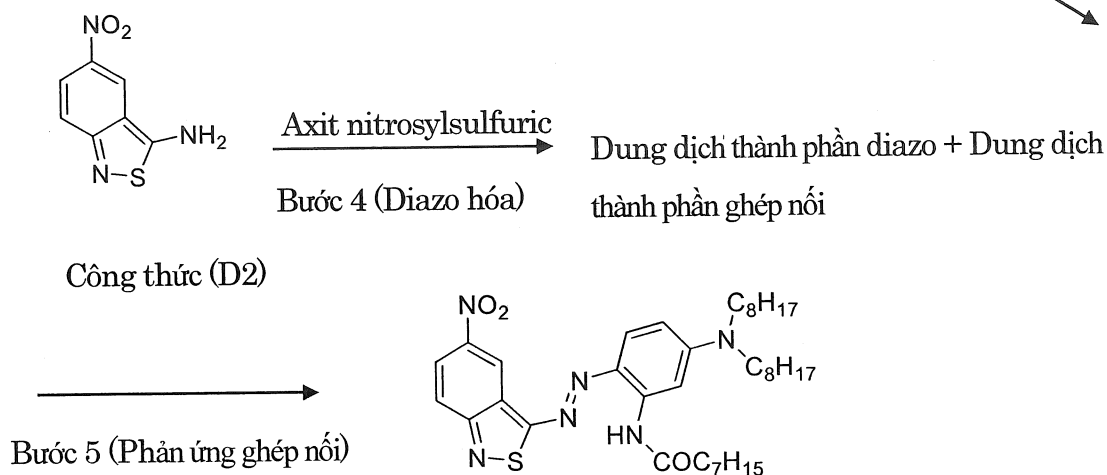
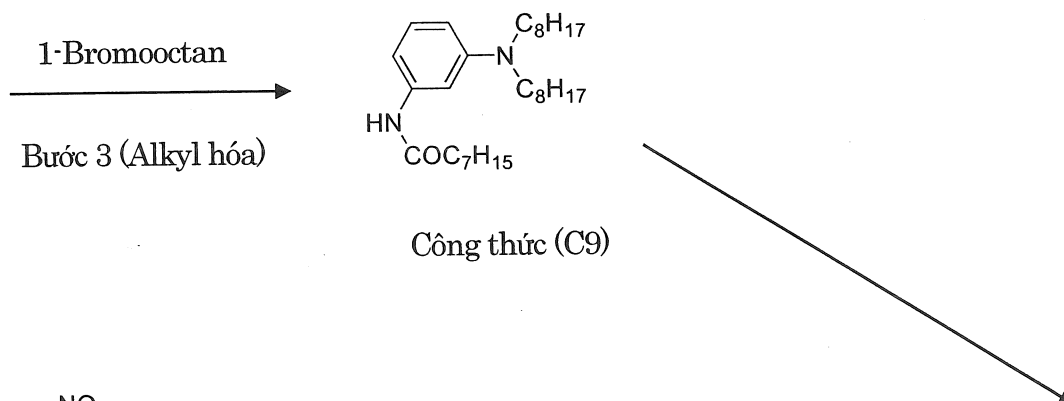
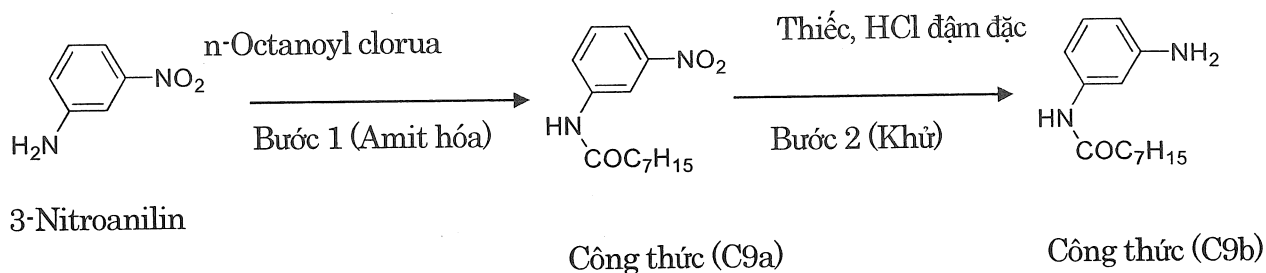


Ví dụ tổng hợp 9

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-1)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-1) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 63]



Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-1)

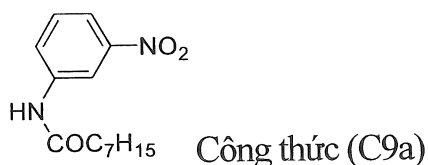
9-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C9 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-(3-nitrophenyl) octanamid được đại diện bởi Công thức (C9a) bên dưới (53,6 g; hiệu suất: 101,4%) thu được dưới dạng sản phẩm thô theo cách tương tự như ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ 3-nitroanilin (27,6 g) được sử dụng thay cho

p-anisidin.

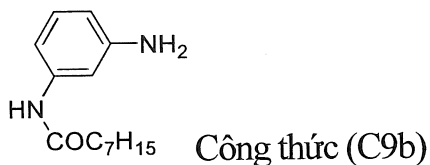
[Công thức hóa học 64]



Bước 2

N-(3-aminophenyl) octanamidit được đại diện bởi Công thức (C9b) bên dưới (9,48 g; hiệu suất: 80,9%) thu được theo cách tương tự như ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ N-(3-nitrophenyl) octanamidit (13,2 g) được sử dụng thay cho N-(3-nitro-4-metoxyphenyl) octanamidit.

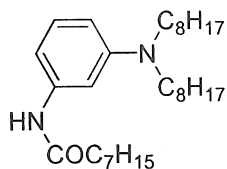
[Công thức hóa học 65]



Bước 3

N-[3-(N,N-dioctylamino) phenyl] octanamidit được đại diện bởi Công thức (C9) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ N-(3-aminophenyl) octanamidit (11,7 g) được sử dụng thay cho N-(3-amino-4-metoxyphenyl) octanamidit. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9).

[Công thức hóa học 66]



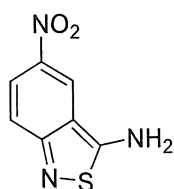
Công thức (C9)

9-B. Chuẩn bị dung dịch thành phần diazo

Bước 4

3-Amino-5-nitro-2,1-benzisothiazol (8,15 g) được đại diện bởi Công thức (D2) bên dưới được thêm từ từ vào hỗn hợp của axit sulfuric đậm đặc (29 g) và axit nitrosylsulfuric 43% (12,7 g) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 5°C. Axit axetic 80% (10 g) được nhỏ giọt từ từ vào hỗn hợp này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 5°C, và hỗn hợp thu được được khuấy ở cùng nhiệt độ trong 2 giờ. Do đó, thu được dung dịch thành phần diazo.

[Công thức hóa học 67]



Công thức (D2)

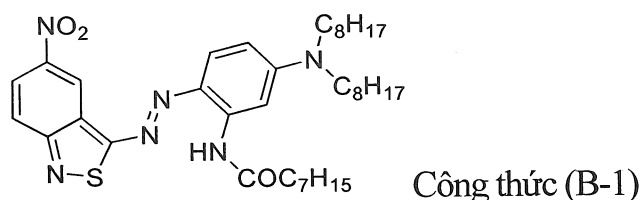
9-C. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-1) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 5

Phản ứng ghép nối được thực hiện bằng cách nhỏ giọt dung dịch thành phần diazo (D2) vào dung dịch thành phần ghép nối (C9) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong hơn 2 giờ trong khi thêm triethylamin (43 g) khi thích hợp. Hỗn hợp này

được khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong 20 phút, và sau đó sản phẩm được tách khỏi hỗn hợp phản ứng này bằng cách lọc, được rửa bằng metanol, được rửa bằng nước, và sau đó được làm khô ở 60°C cho đến khi hàm lượng nước là 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn. Do đó, thu được hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (B-1) bên dưới (20,9 g; hiệu suất: 62,9%). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 665 (M^+)).

[Công thức hóa học 68]

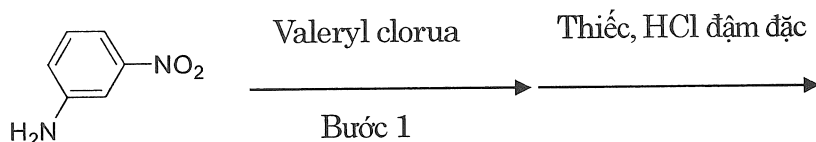


Ví dụ tổng hợp 10

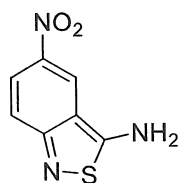
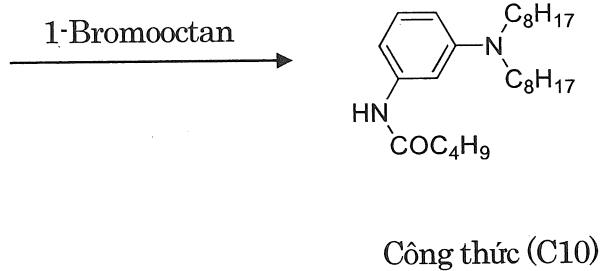
[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-2)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-2) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 69]



3-Nitroanilin

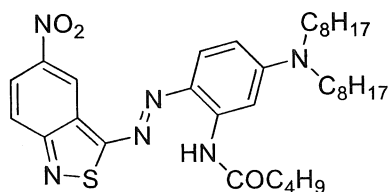


$\xrightarrow[\text{Diazo hóa}]{\text{Axit nitrosylsulfuric}}$

Dung dịch thành phần diazo + Dung dịch thành phần ghép nối

Công thức (D2)

$\xrightarrow{\text{Bước 2 (Phản ứng ghép nối)}}$



Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-2)

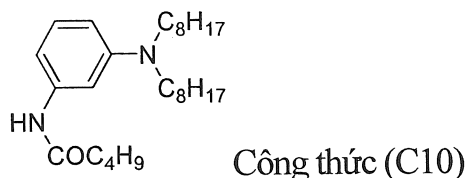
10-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C10 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dioctylamino) phenyl] pentanamit được đại diện bởi Công thức (C10) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 3 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ valeryl clorua (25,3 g) được sử dụng thay cho n-octanoyl clorua ở

Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 9. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C10).

[Công thức hóa học 70]

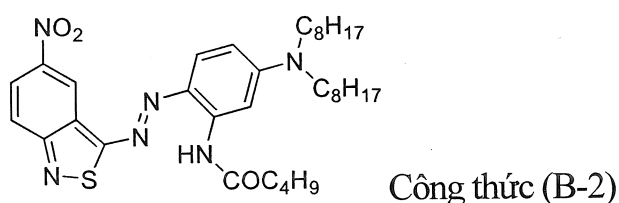


10-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-2) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (B-2) bên dưới (9,47 g; hiệu suất: 30,4%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 4 và 5 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C10) thu được ở Bước 1 được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 623 (M^+)).

[Công thức hóa học 71]

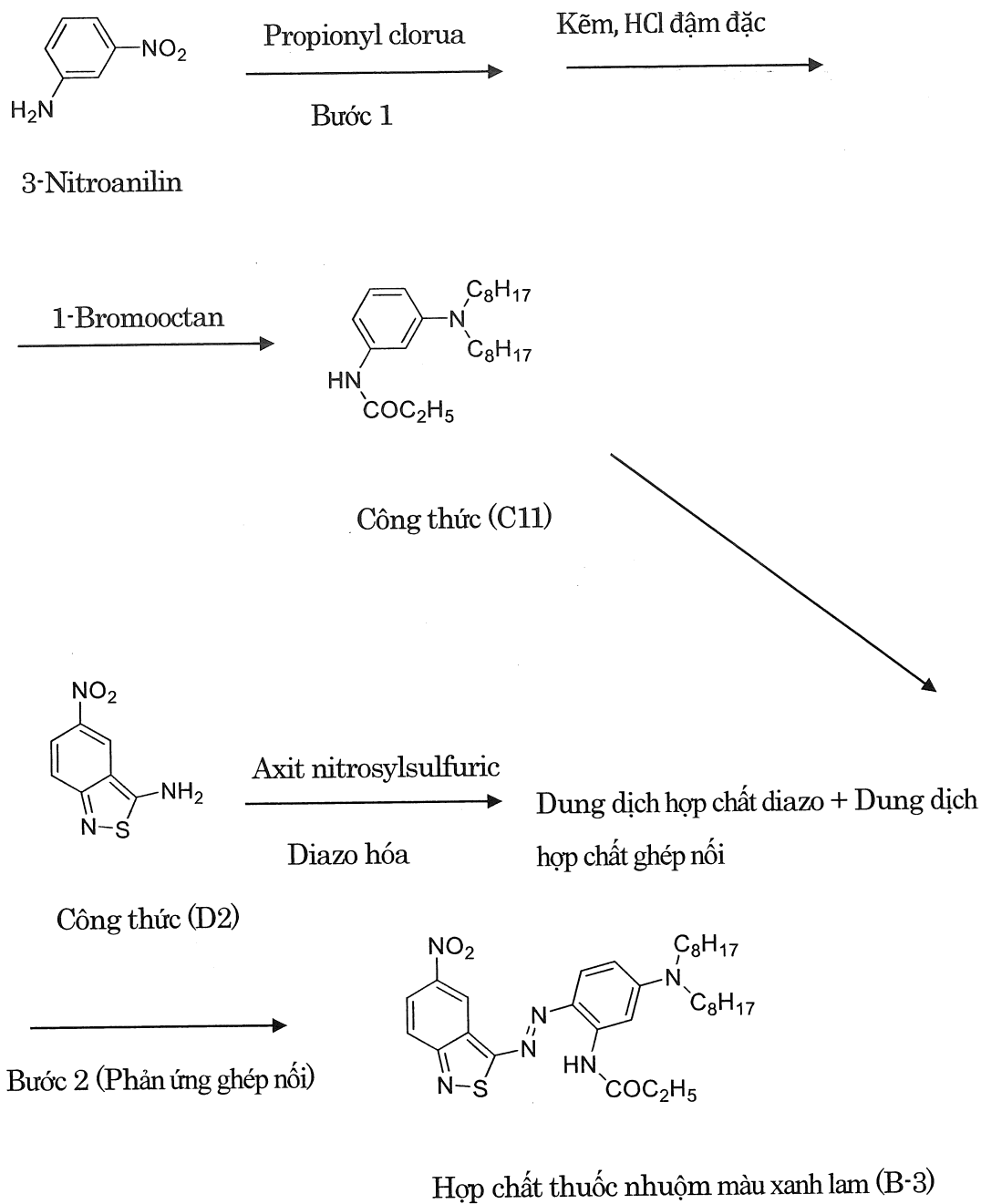


Ví dụ tổng hợp 11

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-3)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-3) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 72]

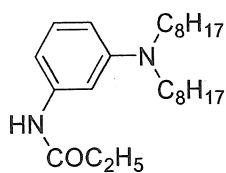


11-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C11 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dioctylamino)phenyl] propanamit được đại diện bởi Công thức (C11) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 3 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ propionyl clorua (19,4 g) được sử dụng thay cho n-octanoyl clorua ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 9. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C11).

[Công thức hóa học 73]



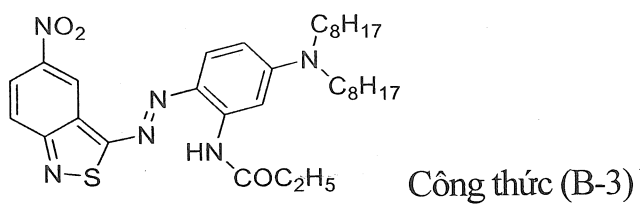
Công thức (C11)

11-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-3) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (B-3) bên dưới (13,4 g; hiệu suất: 45,0%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 4 và 5 Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C11) thu được ở Bước 1 được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 595 (M^+)).

[Công thức hóa học 74]

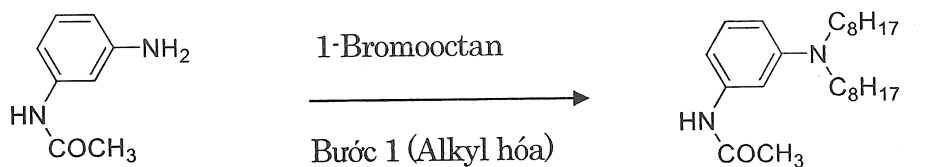


Ví dụ tổng hợp 12

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-4)]

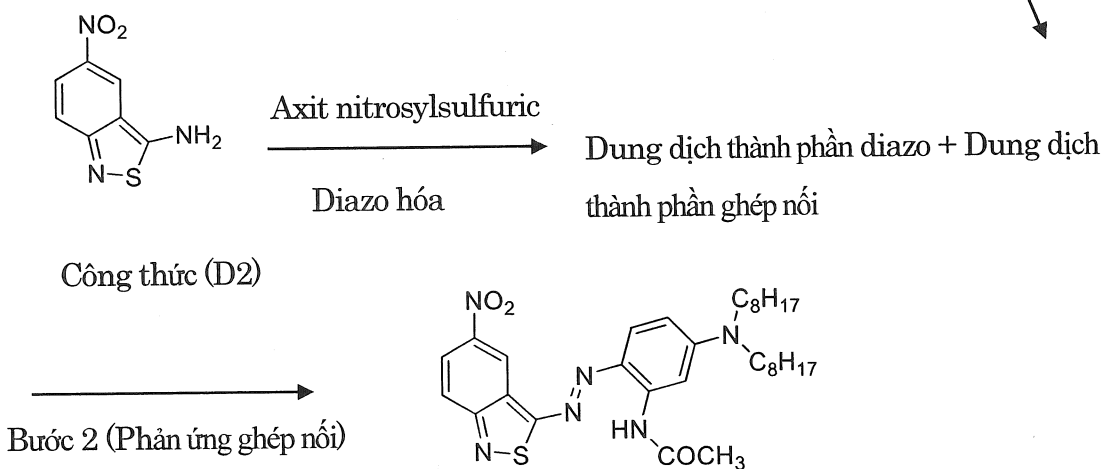
Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-4) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 75]



3'- aminoacetanilide

Công thức (C12)



Công thức (D2)

Bước 2 (Phản ứng ghép nối)

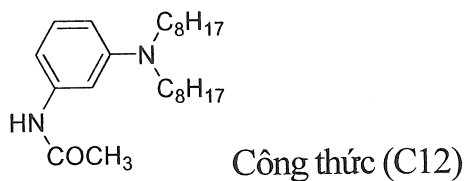
Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-4)

12-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C12 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dioctylamino)phenyl] acetanilide được đại diện bởi Công thức (C12) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ 3'-aminoacetanilide (7,50 g) được sử dụng thay cho N-(3-aminophenyl) octanamide ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 9. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C12).

[Công thức hóa học 76]

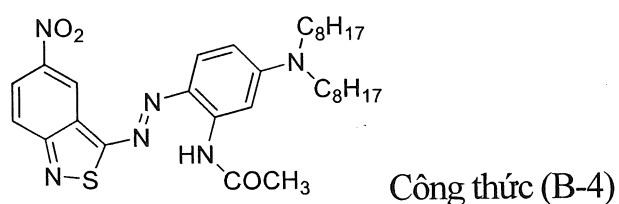


12-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-4) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (B-4) bên dưới (20,3 g; hiệu suất: 69,9%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 4 và 5 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C12) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 581 (M^+)).

[Công thức hóa học 77]

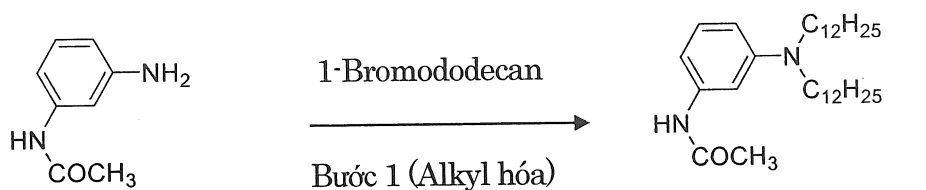


Ví dụ tổng hợp 13

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-5)]

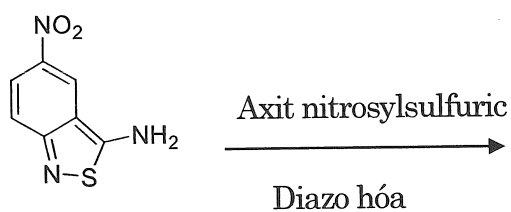
Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-5) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 78]



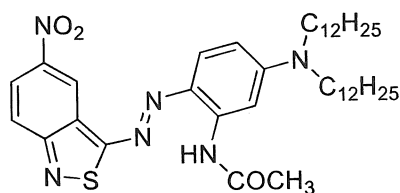
3'-aminoacetanilide

Công thức (C13)



Công thức (D2)

Bước 2 (Phản ứng ghép nối)



Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-5)

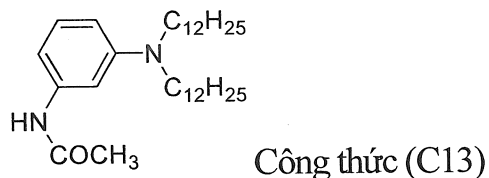
13-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C13 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-didodecylamino)phenyl] acetanilide được đại diện bởi Công thức (C13) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ 1-bromododecan (49,8 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan và 3'-aminoacetanilide (7,50 g) được sử dụng thay cho N-(3-aminophenyl) octanamide ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 9. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và

hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C13).

[Công thức hóa học 79]

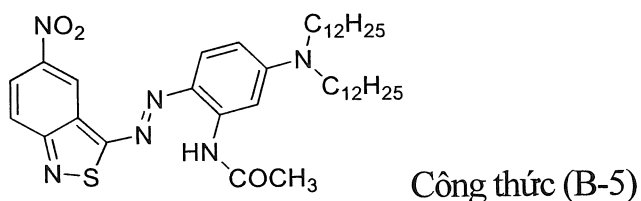


13-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-5) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (B-5) bên dưới (9,81 g; hiệu suất: 28,3%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 4 và 5 Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C13) thu được ở Bước 1 được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 693 (M^+)).

[Công thức hóa học 80]

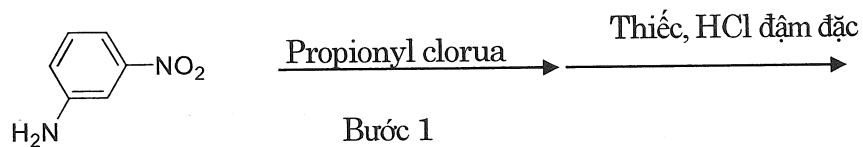


Ví dụ tổng hợp 14

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-6)]

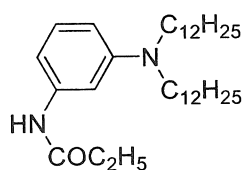
Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-6) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 81]

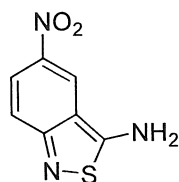


3-Nitroanilin

1-Bromododecan



Công thức (C14)



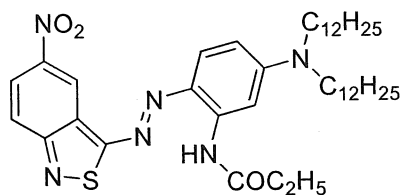
Axit nitrosylsulfuric

Diazo hóa

Dung dịch thành phần diazo + Dung dịch thành phần ghép nối

Công thức (D2)

Bước 2 (Phản ứng ghép nối)



Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-6)

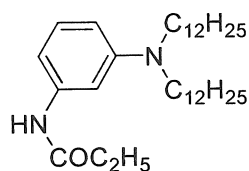
14-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C14 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-didodecylamino)phenyl]propanamid được đại diện bởi Công thức

(C14) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 3 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ propionyl clorua (19,4 g) được sử dụng thay cho n-octanoyl clorua ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 9, và 1-bromododecan (49,8 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 9. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C14).

[Công thức hóa học 82]



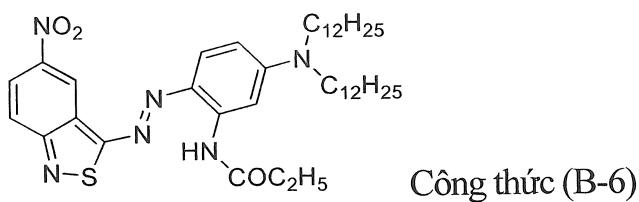
Công thức (C14)

14-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-6) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (B-6) bên dưới (5,73 g; hiệu suất: 16,2%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 4 và 5 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C14) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 707 (M^+)).

[Công thức hóa học 83]

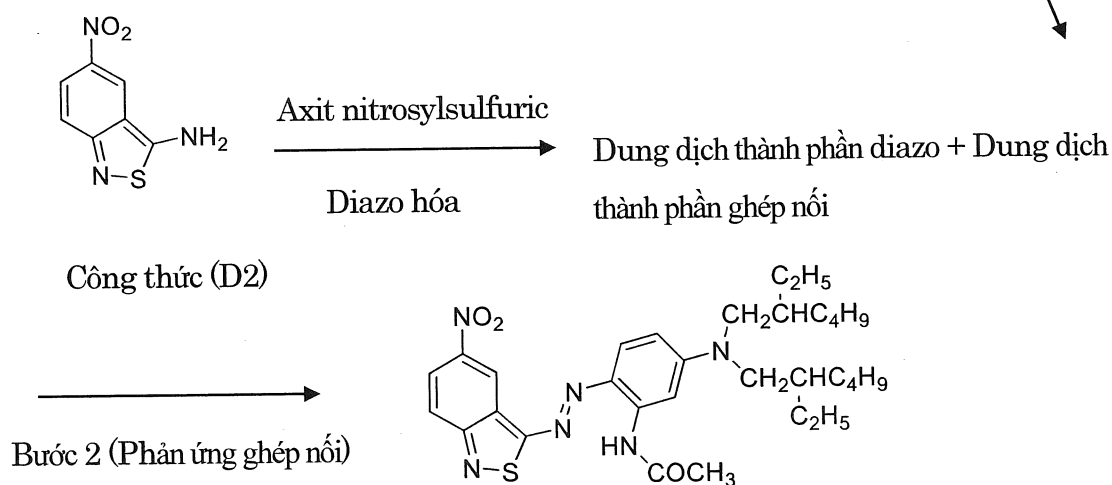
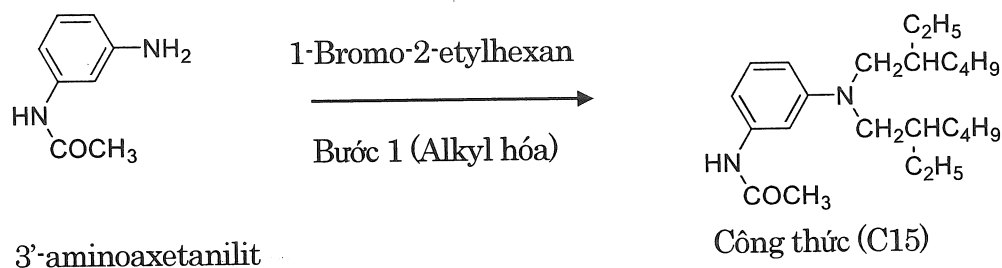


Ví dụ tổng hợp 15

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-7)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-7) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 84]



Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-7)

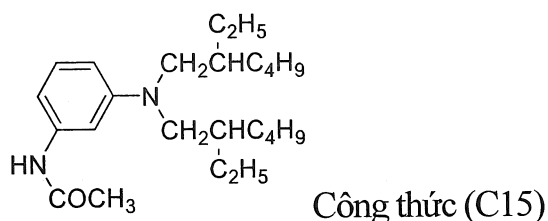
15-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C15 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép

nối

Bước 1

N-[3-[N,N-di(2-ethylhexyl)amino]phenyl]propanamit được đại diện bởi Công thức (C15) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ 3'-aminoaxetanilit (7,50 g) được sử dụng thay cho N-(3-aminophenyl) octanamit và 1-bromo-2-ethylhexan (38,6 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 9. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C15).

[Công thức hóa học 85]



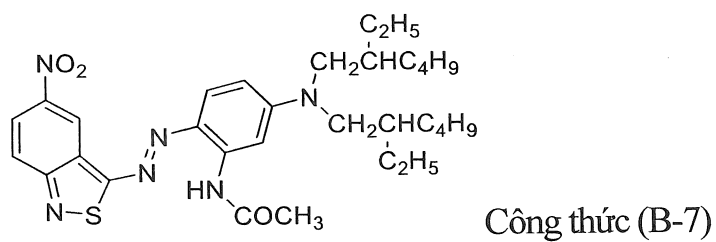
15-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-7) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (B-7) bên dưới (4,72 g; hiệu suất: 16,2%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 4 và 5 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C15) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua

các phân tích LCMS (m/z 581 (M^+)).

[Công thức hóa học 86]

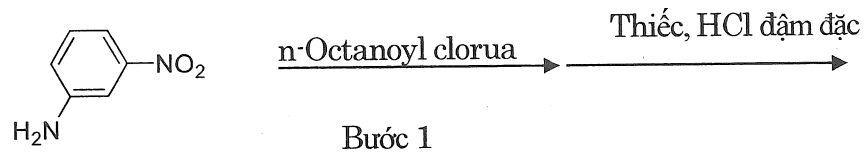


Ví dụ tổng hợp 16

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-8)]

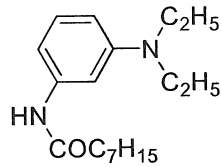
Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-8) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 87]

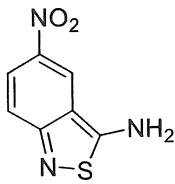


3-Nitroanilin

1-Bromoetan



Công thức (C16)



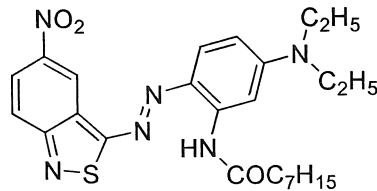
Axit nitrosylsulfuric

Diazo hóa

Dung dịch thành phần diazo + Dung dịch
thành phần ghép nối

Công thức (D2)

Bước 2 (Phản ứng ghép nối)



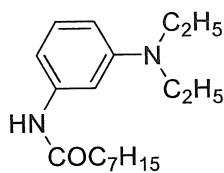
Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-8)

16-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C16 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-diethylamino)phenyl] octanamit được đại diện bởi Công thức (C16) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 3 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ 1-bromoetan (27,3 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 9. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C16).

[Công thức hóa học 88]



Công thức (C16)

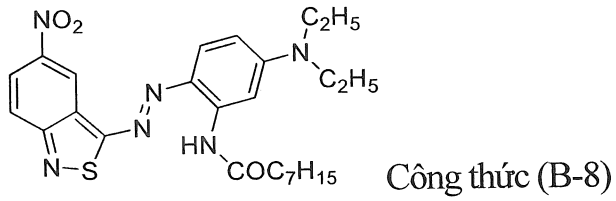
16-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-8) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (B-8) bên dưới (23,2 g; hiệu suất: 93,4%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 4 và 5 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C16) thu được ở Bước 1 được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được

xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 497 (M^+)).

[Công thức hóa học 89]

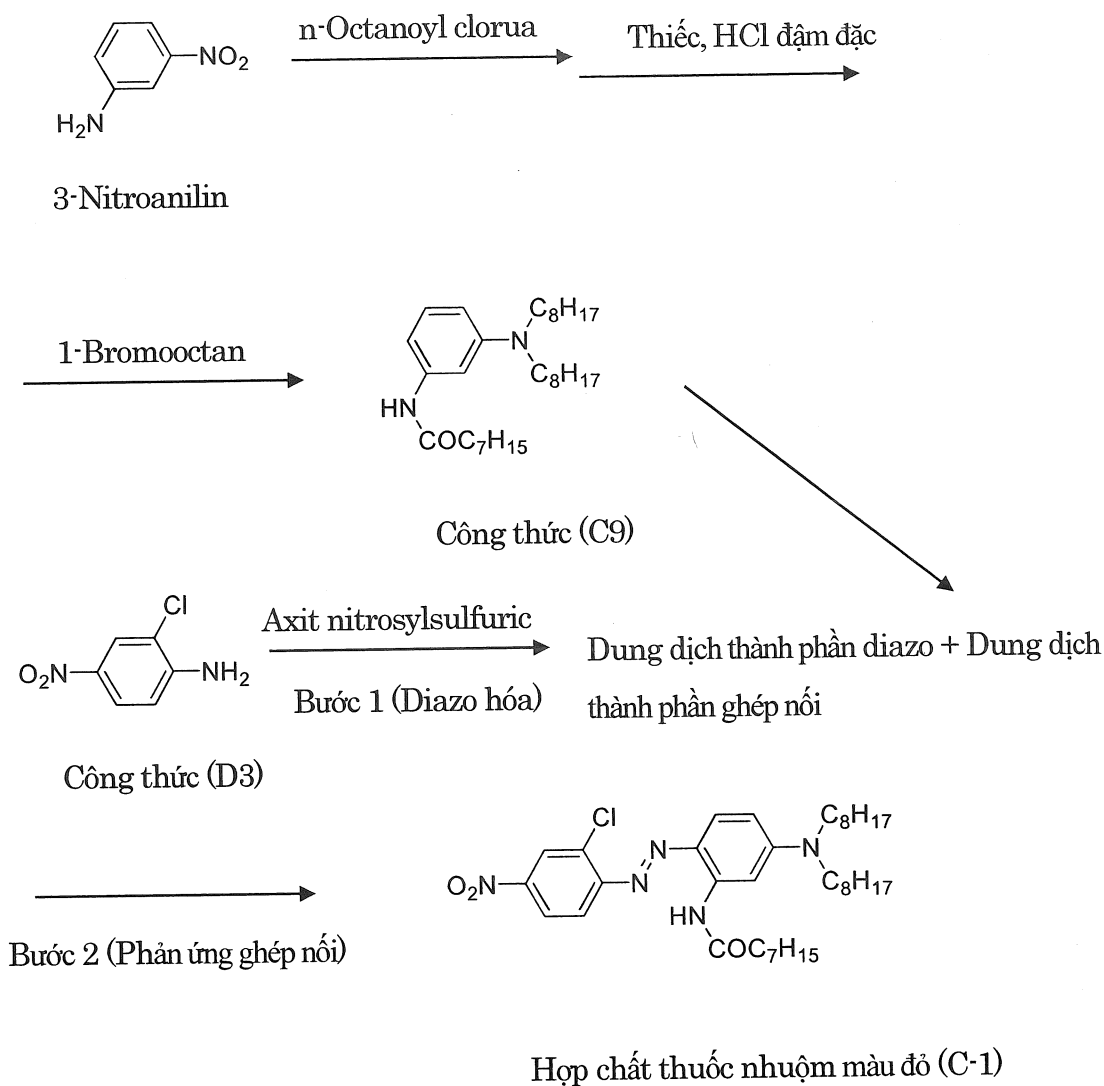


Ví dụ tổng hợp 17

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-1)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-1) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 90]

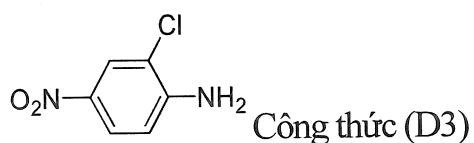


17-A. Chuẩn bị dung dịch thành phần diazo

Bước 1

2-Clo-4-nitroanilin được đại diện bởi Công thức (D3) bên dưới (8,65 g) được thêm vào hỗn hợp của axit sulfuric đậm đặc (16 g) và axit nitrosylsulfuric 43% (15,6 g) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 35°C, và hỗn hợp thu được được khuấy ở cùng nhiệt độ trong 2 giờ. Do đó, thu được dung dịch thành phần diazo.

[Công thức hóa học 91]

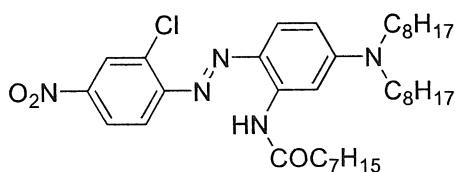


17-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-1) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9) được chuẩn bị theo cách tương tự như ở Bước 1 đến 3 của Ví dụ tổng hợp 9. Phản ứng ghép nối được thực hiện bằng cách nhỏ giọt dung dịch thành phần diazo thu được ở Bước 1 vào dung dịch thành phần ghép nối ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong hơn 2 giờ trong khi thêm triethylamin (28 g) khi thích hợp. Hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong 20 phút, và sau đó sản phẩm được tách khỏi hỗn hợp phản ứng này bằng cách lọc, được rửa bằng metanol, được rửa bằng nước, và sau đó được làm khô ở 60°C cho đến khi hàm lượng nước là 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn. Do đó, thu được hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ được đại diện bởi Công thức (C-1) bên dưới (24,3 g; hiệu suất: 75,7%). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 642 (M^+)).

[Công thức hóa học 92]



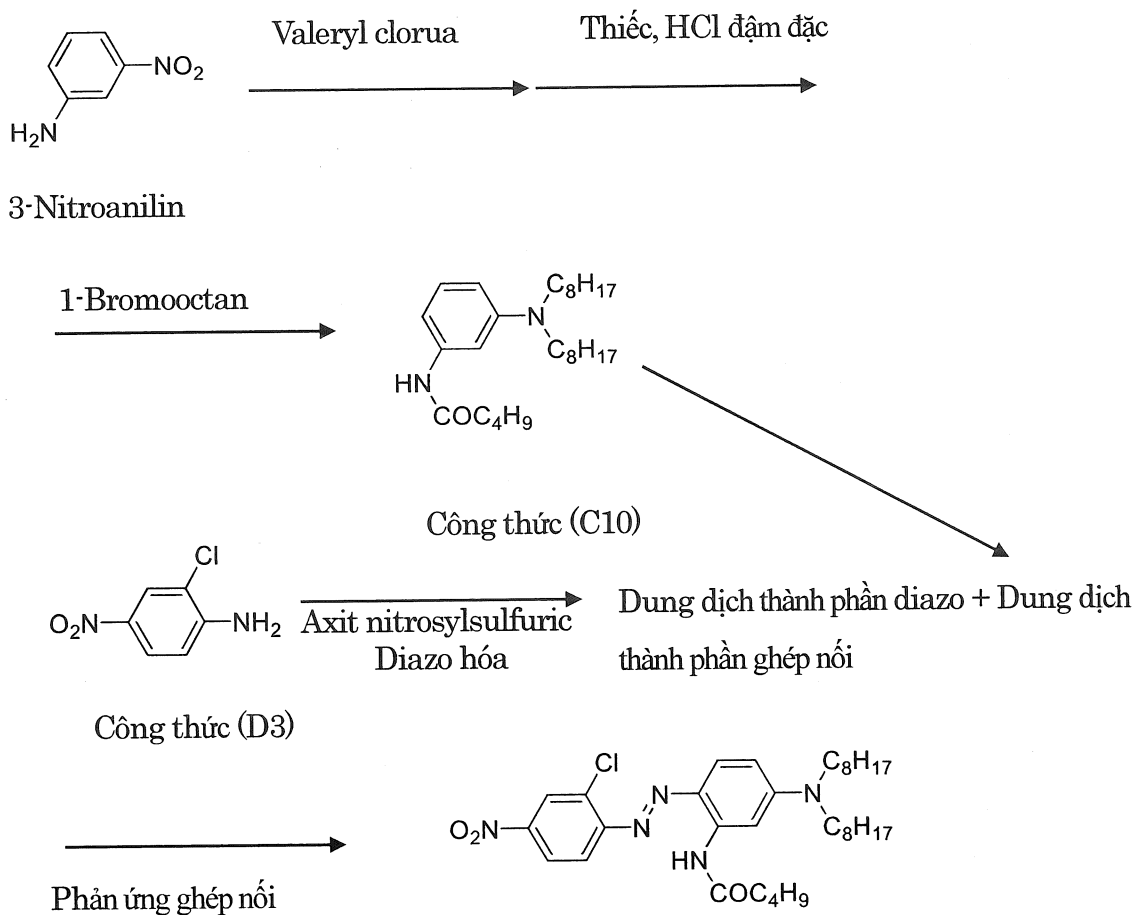
Công thức (C-1)

Ví dụ tổng hợp 18

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-2)]

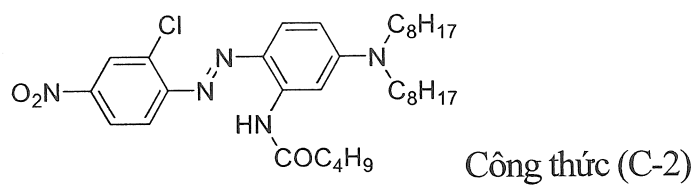
Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-2) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 93]



Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ được đại diện bởi Công thức (C-2) bên dưới (10,4 g; hiệu suất: 34,7%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 1 và 2 của Ví dụ tổng hợp 17, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C10) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 600 (M^+)).

[Công thức hóa học 94]

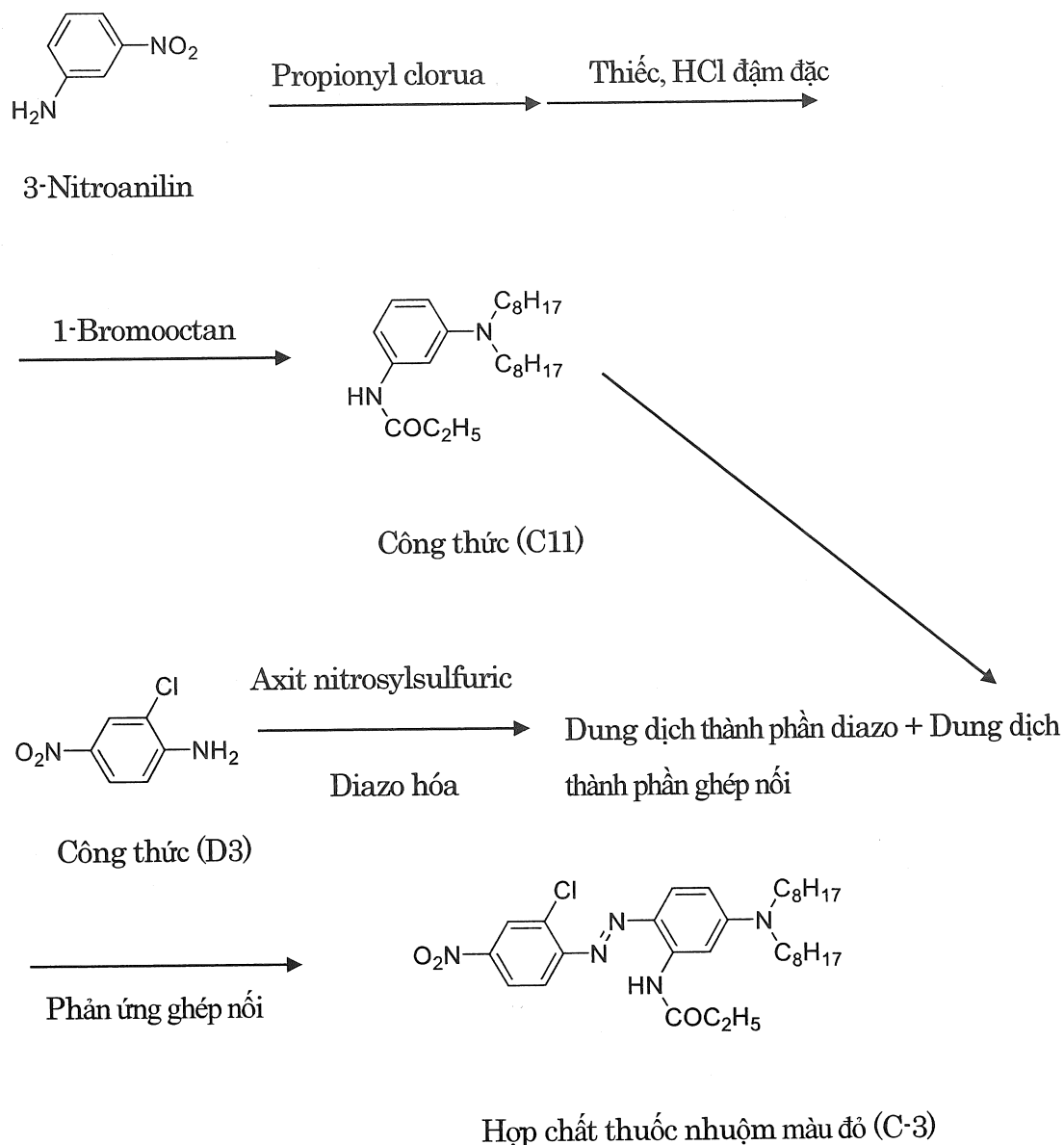


Ví dụ tổng hợp 19

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-3)]

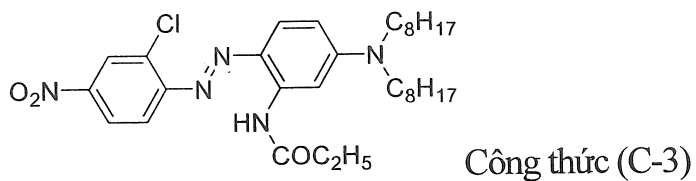
Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-3) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 95]



Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ được đại diện bởi Công thức (C-3) bên dưới (12,9 g; hiệu suất: 45,1%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 1 và 2 của Ví dụ tổng hợp 17, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C11) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 572 (M^+)).

[Công thức hóa học 96]

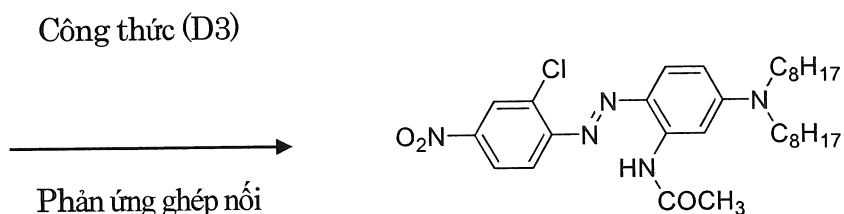
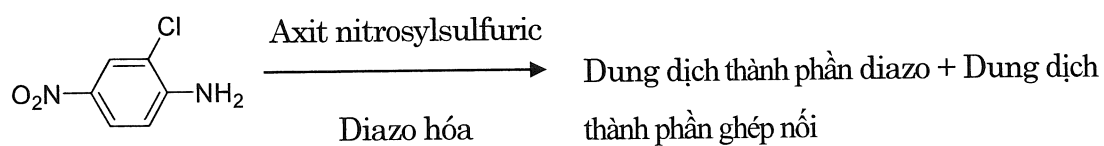
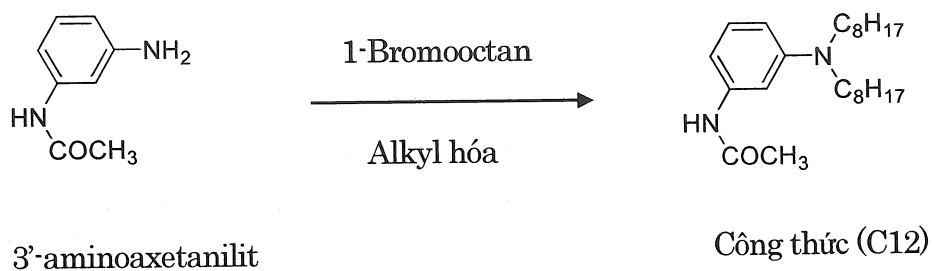


Ví dụ tổng hợp 20

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-4)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-4) được sản xuất theo sơ đồ sau.

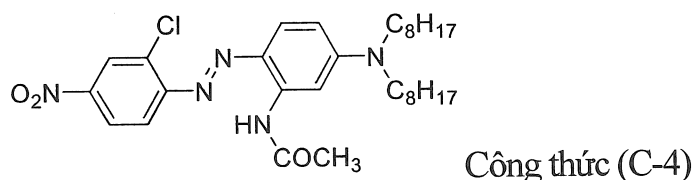
[Công thức hóa học 97]



Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-4)

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ được đại diện bởi Công thức (C-4) bên dưới (23,4 g; hiệu suất: 83,9%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 1 và 2 của Ví dụ tổng hợp 17, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C12) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 558 (M^+)).

[Công thức hóa học 98]

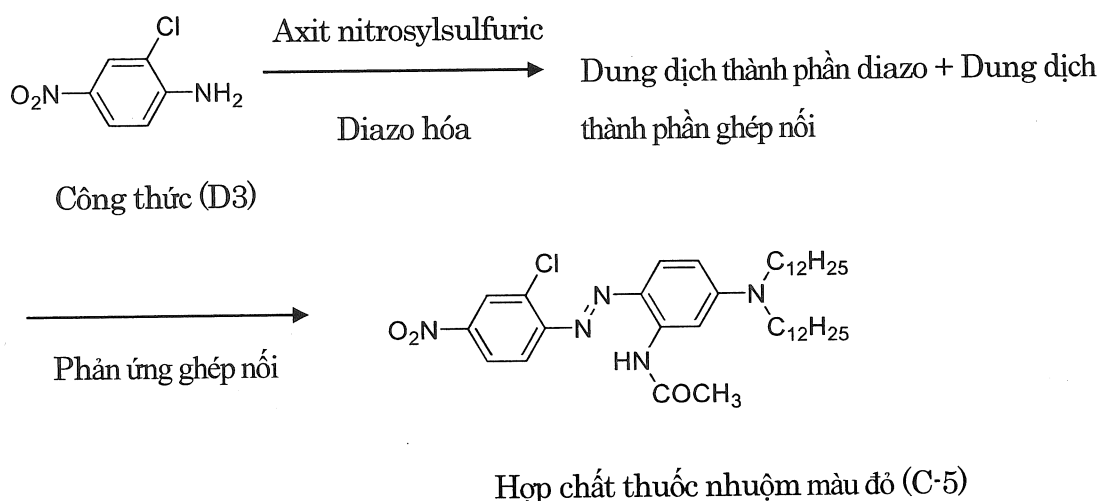
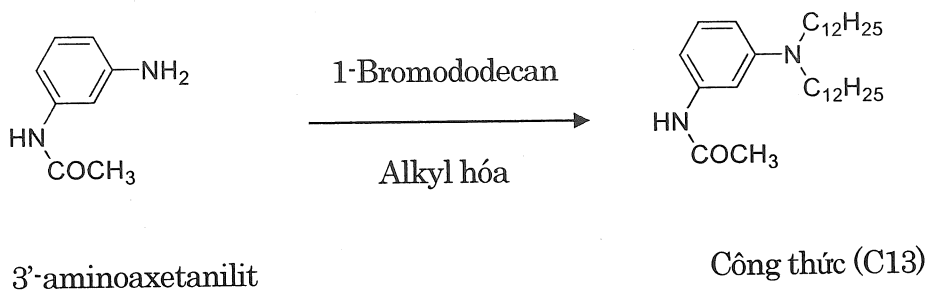


Ví dụ tổng hợp 21

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-5)]

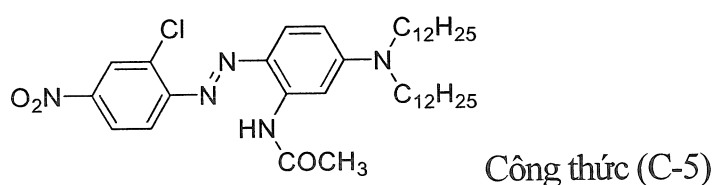
Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-5) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 99]



Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ được đại diện bởi Công thức (C-5) bên dưới (25,3 g; hiệu suất: 75,5%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 1 và 2 của Ví dụ tổng hợp 17, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C13) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 670 (M^+)).

[Công thức hóa học 100]

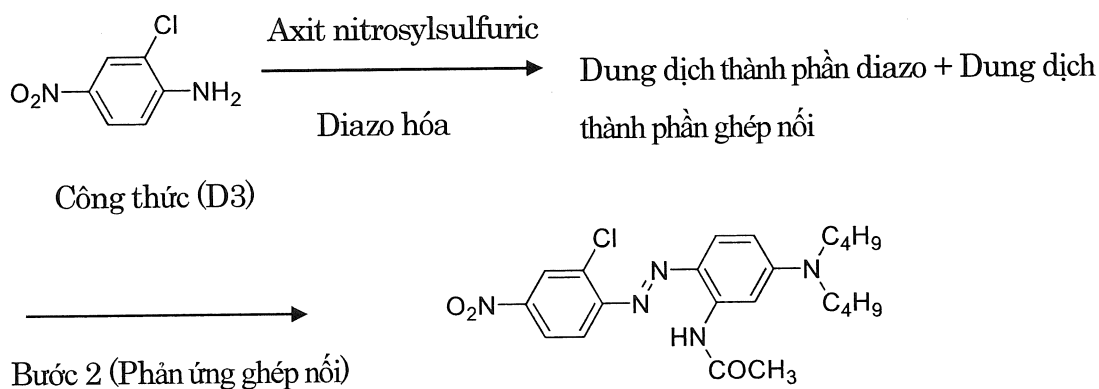
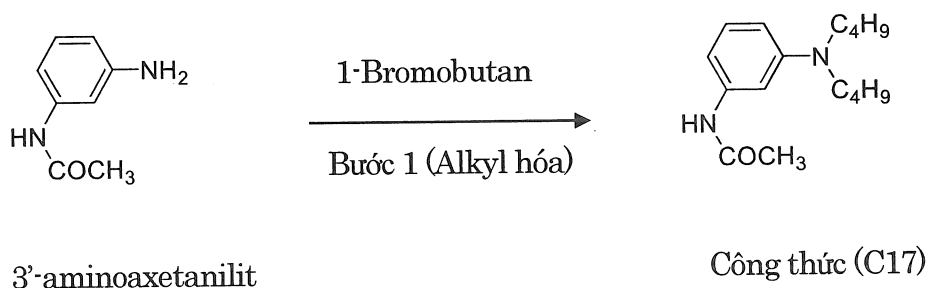


Ví dụ tổng hợp 22

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-6)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-6) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 101]



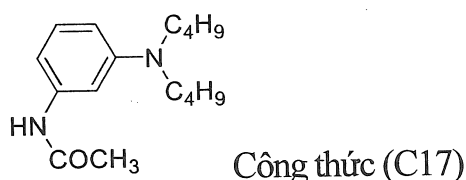
22-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C17 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dibutylamino)phenyl]acetamit được đại diện bởi Công thức (C17)

bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ 3'-aminoaxetanilit (7,50 g) được sử dụng thay cho N-(3-aminophenyl) octanamit và 1-bromobutan (27,4 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 9. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C17).

[Công thức hóa học 102]

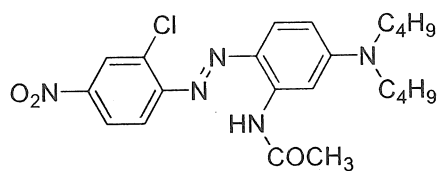


22-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-6) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ được đại diện bởi Công thức (C-6) bên dưới (19,6 g; hiệu suất: 87,9%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 1 và 2 của Ví dụ tổng hợp 17, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C17) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 446 (M^+)).

[Công thức hóa học 103]



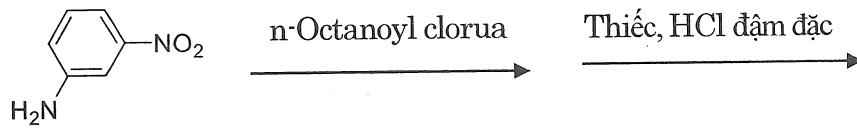
Công thức (C-6)

Ví dụ tổng hợp 23

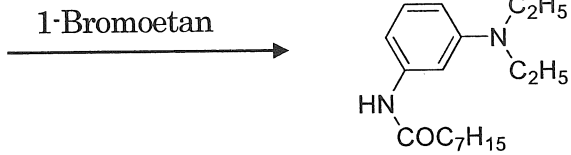
[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-7)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-7) được sản xuất theo sơ đồ sau.

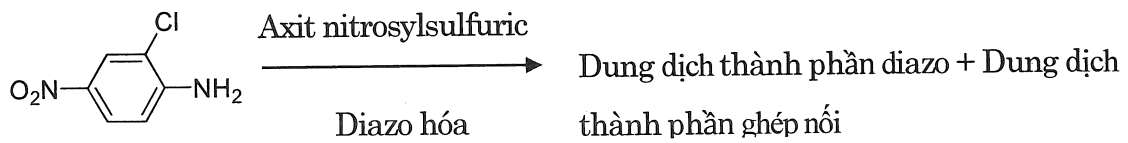
[Công thức hóa học 104]



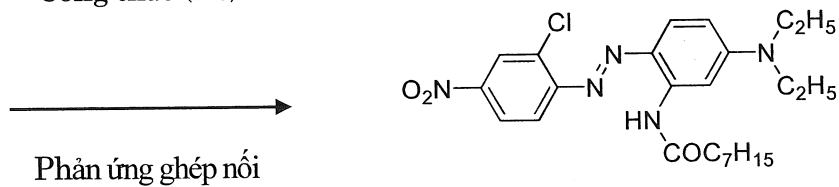
3-Nitroanilin



Công thức (C16)



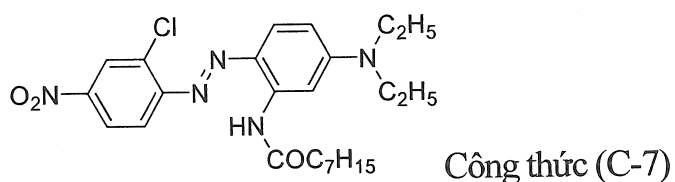
Công thức (D3)



Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-7)

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ được đại diện bởi Công thức (C-7) bên dưới (16,6 g; hiệu suất: 70,0%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 1 và 2 của Ví dụ tổng hợp 17, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C16) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 474 (M^+)).

[Công thức hóa học 105]

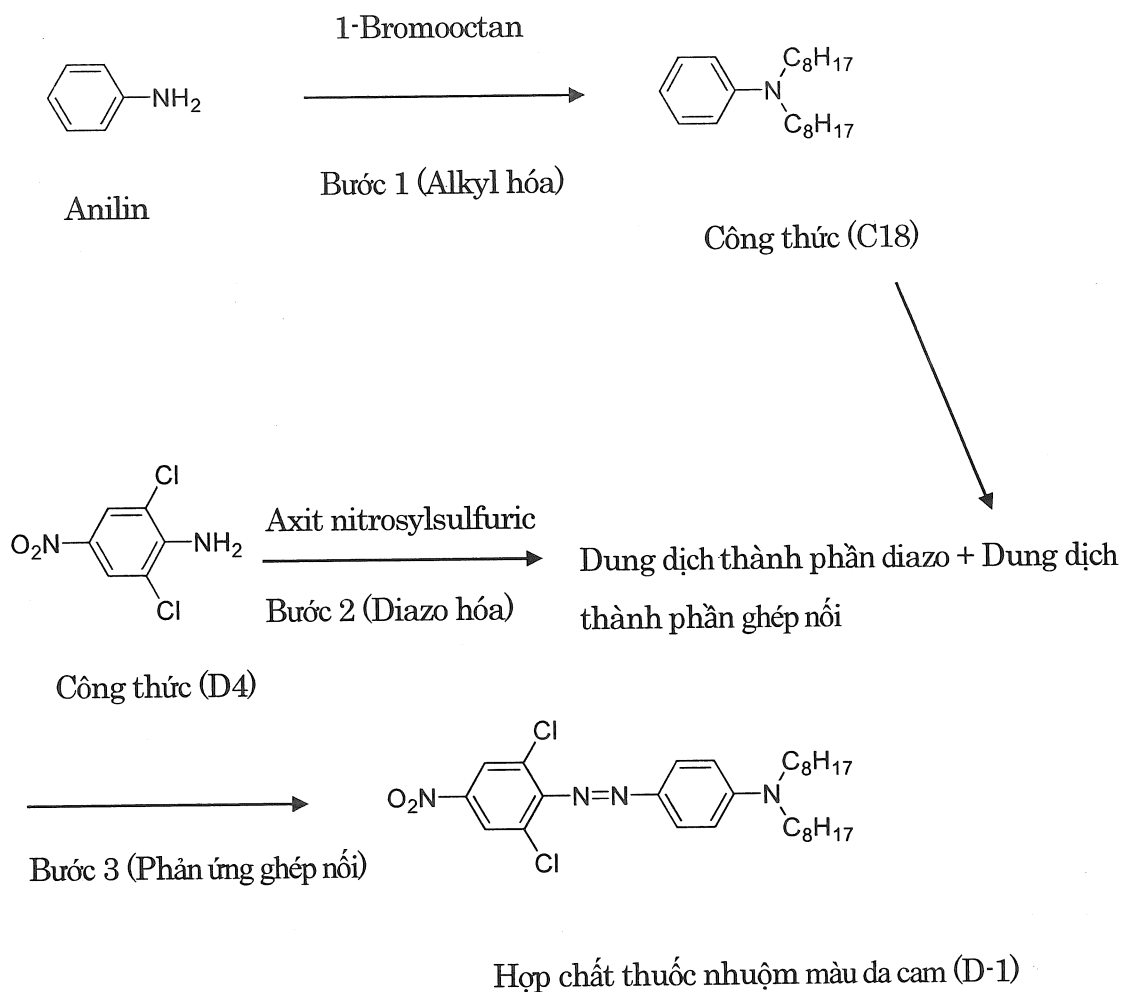


Ví dụ tổng hợp 24

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-1)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-1) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 106]

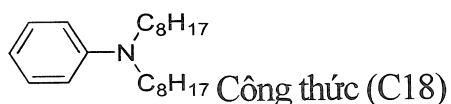


24-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C18 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N,N-di-octylanilin được đại diện bởi Công thức (C18) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ anilin (4,66 g) được sử dụng thay cho N-(3-amino-4-metoxyphenyl) octanamit. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18).

[Công thức hóa học 107]

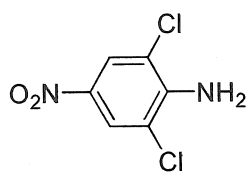


24-B. Chuẩn bị dung dịch thành phần diazo

Bước 2

2,6-Diclo-4-nitroanilin được đại diện bởi Công thức (D4) bên dưới (10,4 g) được thêm vào hỗn hợp của axit sulfuric đậm đặc (17 g) và axit nitrosylsulfuric 43% (14,7 g) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 25 đến 30°C, và hỗn hợp thu được được khuấy ở cùng nhiệt độ trong 2 giờ. Do đó, thu được dung dịch thành phần diazo.

[Công thức hóa học 108]



Công thức (D4)

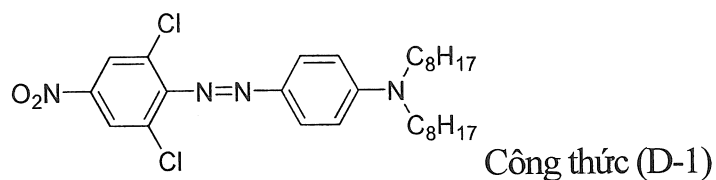
24-C. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-1) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 3

Phản ứng ghép nối được thực hiện bằng cách nhỏ giọt dung dịch thành phần diazo thu được ở Bước 2 vào dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18) thu được ở Bước 1 ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong hơn 2 giờ trong khi thêm triethylamin (20 g) khi thích hợp. Hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong 20 phút, và sau đó sản phẩm được tách khỏi hỗn hợp phản ứng này bằng cách lọc, được rửa bằng metanol, được rửa bằng nước, và sau đó được làm khô ở 60°C cho đến khi hàm lượng nước là 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn. Do đó, thu được hợp chất thuốc nhuộm màu da cam được đại diện bởi Công thức (D-1) bên dưới (23,1 g; hiệu suất: 86,4%). Cấu trúc của

hợp chất thuốc nhuộm màu da cam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 535 (M^+)).

[Công thức hóa học 109]

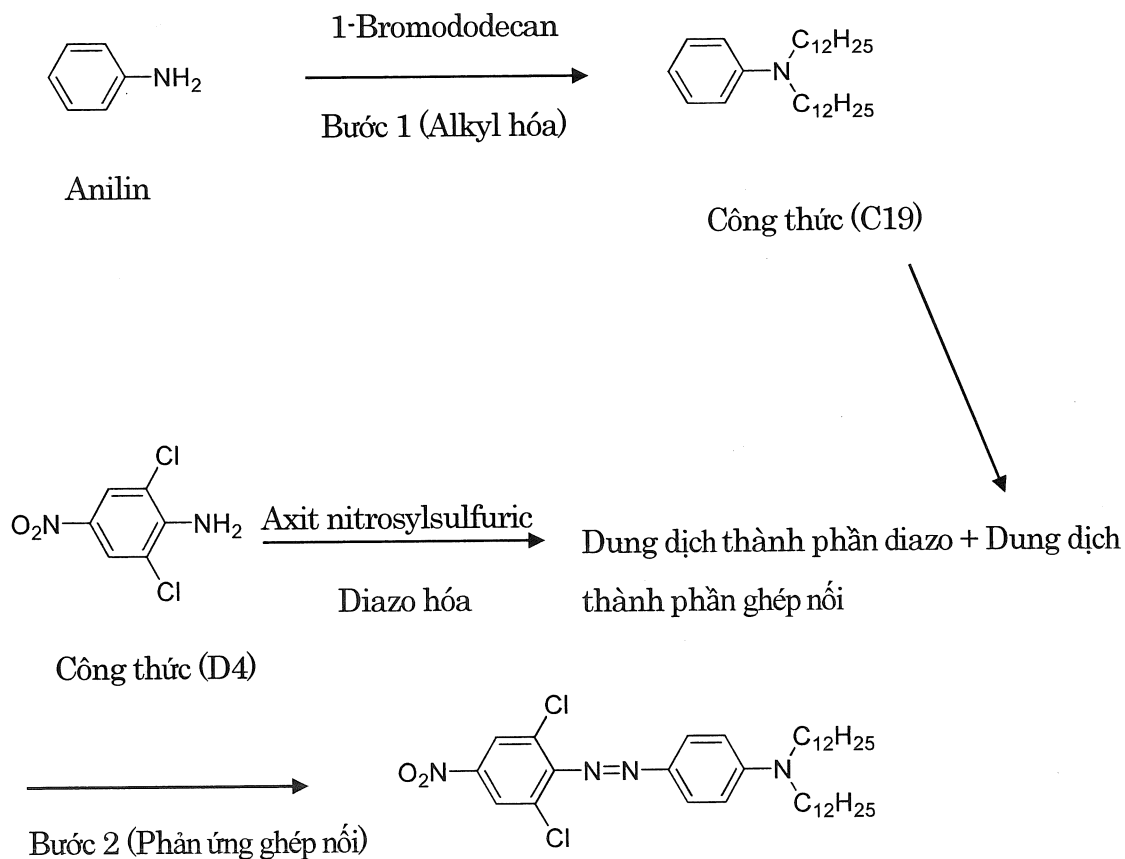


Ví dụ tổng hợp 25

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-2)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-2) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 110]

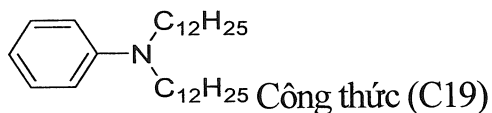


25-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C19 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N,N-didodecylanilin được đại diện bởi Công thức (C19) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ anilin (4,66 g) được sử dụng thay cho N-(3-amino-4-metoxyphenyl) octanamit, và 1-bromododecan (49,8 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C19).

[Công thức hóa học 111]

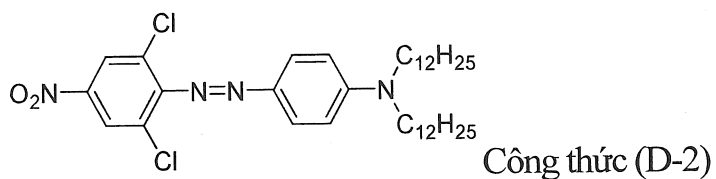


25-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-2) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam được đại diện bởi Công thức (D-2) bên dưới (14,1 g; hiệu suất: 43,6%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 2 và 3 của Ví dụ tổng hợp 24, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C19) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu da cam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 647 (M^+)).

[Công thức hóa học 112]

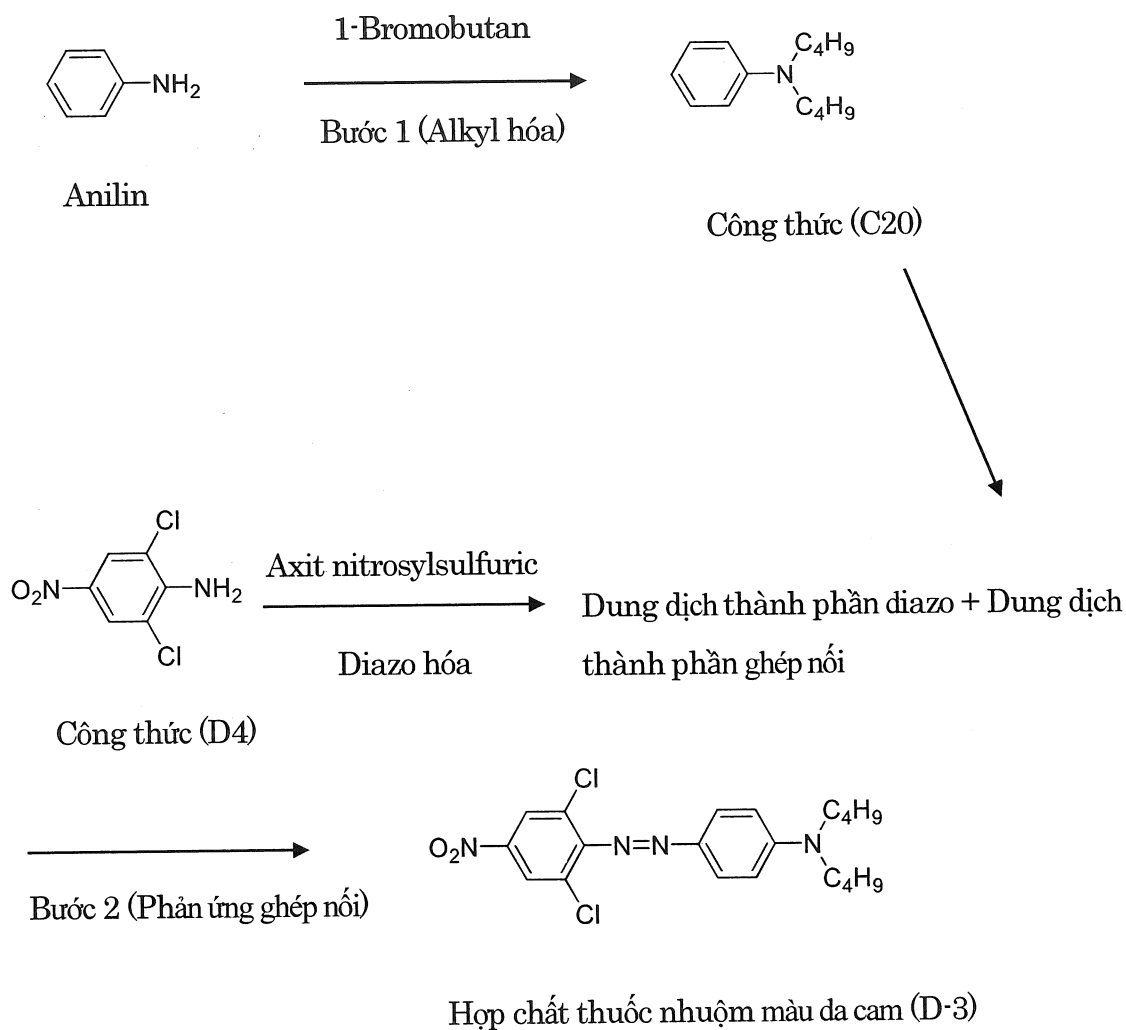


Ví dụ tổng hợp 26

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-3)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-3) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 113]

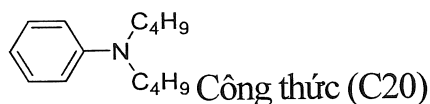


26-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C20 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N,N-dibutylanilin được đại diện bởi Công thức (C20) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ anilin (4,66 g) được sử dụng thay cho N-(3-amino-4-metoxypheyl)octanamit, và 1-bromobutan (27,4 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C20).

[Công thức hóa học 114]

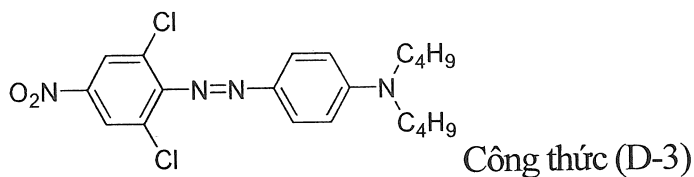


26-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-3) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam được đại diện bởi Công thức (D-3) bên dưới (10,2 g; hiệu suất: 48,2%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 2 và 3 của Ví dụ tổng hợp 24, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C20) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu da cam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 423 (M^+)).

[Công thức hóa học 115]

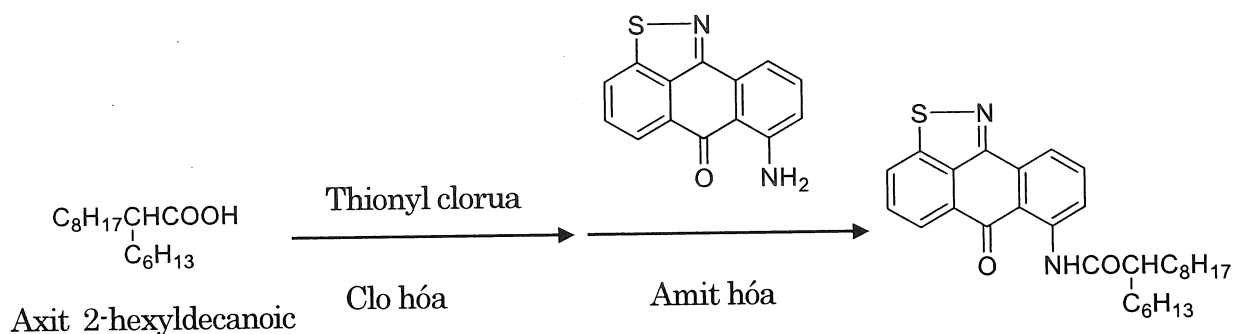


Ví dụ tổng hợp 27

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu vàng (G-1)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu vàng (G-1) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 116]

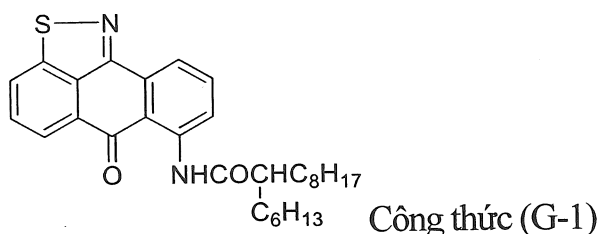


Hợp chất thuốc nhuộm màu vàng (G-1)

Hỗn hợp của thionyl clorua (14,3 g) và toluen (20 g) được nhỏ giọt vào hỗn hợp của axit 2-hexyldecanoic (30,8 g) và toluen (30 g). Hỗn hợp của pyridin (9,49 g) và toluen (30 g) được nhỏ giọt từ từ vào hỗn hợp này trong hơn 1 giờ, và sau đó hỗn hợp thu được được làm nóng đến 110°C và được khuấy trong 1 giờ. Hỗn hợp được làm lạnh đến nhiệt độ phòng, và sau đó hỗn hợp của 5-amino-anthra[9,1-cd]isothiazol-6-on (25,2 g) và toluen (30 g) được nhỏ giọt vào đó. Hỗn hợp thu được được làm nóng đến 110°C và được khuấy trong 2 giờ, và sau đó dung môi được chưng cất dưới áp suất giảm.

Metanol (100 g) được thêm vào đó để tạo thành kết tủa. Sản phẩm được phân tách bằng cách lọc, được rửa bằng metanol, được rửa bằng nước, và sau đó được làm khô ở 60°C cho đến khi hàm lượng nước là 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn. Do đó, thu được hợp chất thuốc nhuộm màu vàng được đại diện bởi Công thức (G-1) bên dưới (36,7 g; hiệu suất: 74,7%). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu vàng đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 491 (M^+)).

[Công thức hóa học 117]

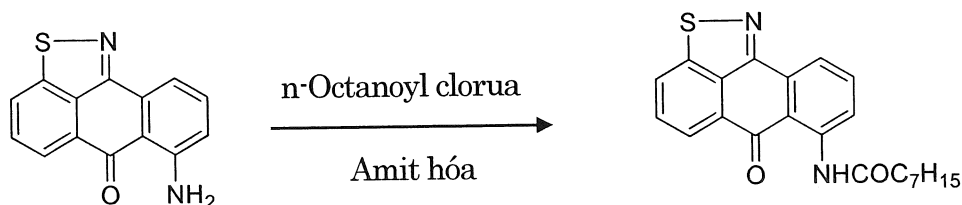


Ví dụ tổng hợp 28

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu vàng (G-2)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu vàng (G-2) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 118]

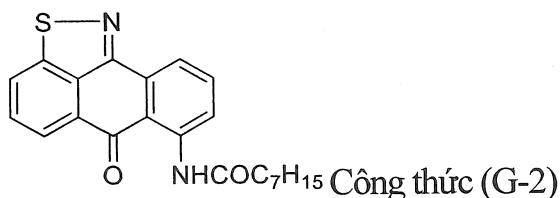


Hợp chất thuốc nhuộm màu vàng (G-2)

n-Octanoyl clorua (19,5 g) được nhỏ giọt vào hỗn hợp của 5-amino-anthra[9,1-cd]isothiazol-6-on (25,2 g), toluen (120 g), và pyridin (9,49 g), và

sau đó hỗn hợp thu được được làm nóng đến 110°C và được khuấy trong 1 giờ. Hỗn hợp này được làm lạnh đến nhiệt độ phòng, và sau đó metanol (150 g) được thêm vào đó để tạo thành kết tủa. Hỗn hợp này được lọc, và phần cặn được rửa bằng metanol và sau đó được làm khô. Do đó, thu được hợp chất thuốc nhuộm màu vàng được đại diện bởi Công thức (G-2) bên dưới (31,8 g; hiệu suất: 83,9%). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu vàng đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 379 (M^+)).

[Công thức hóa học 119]

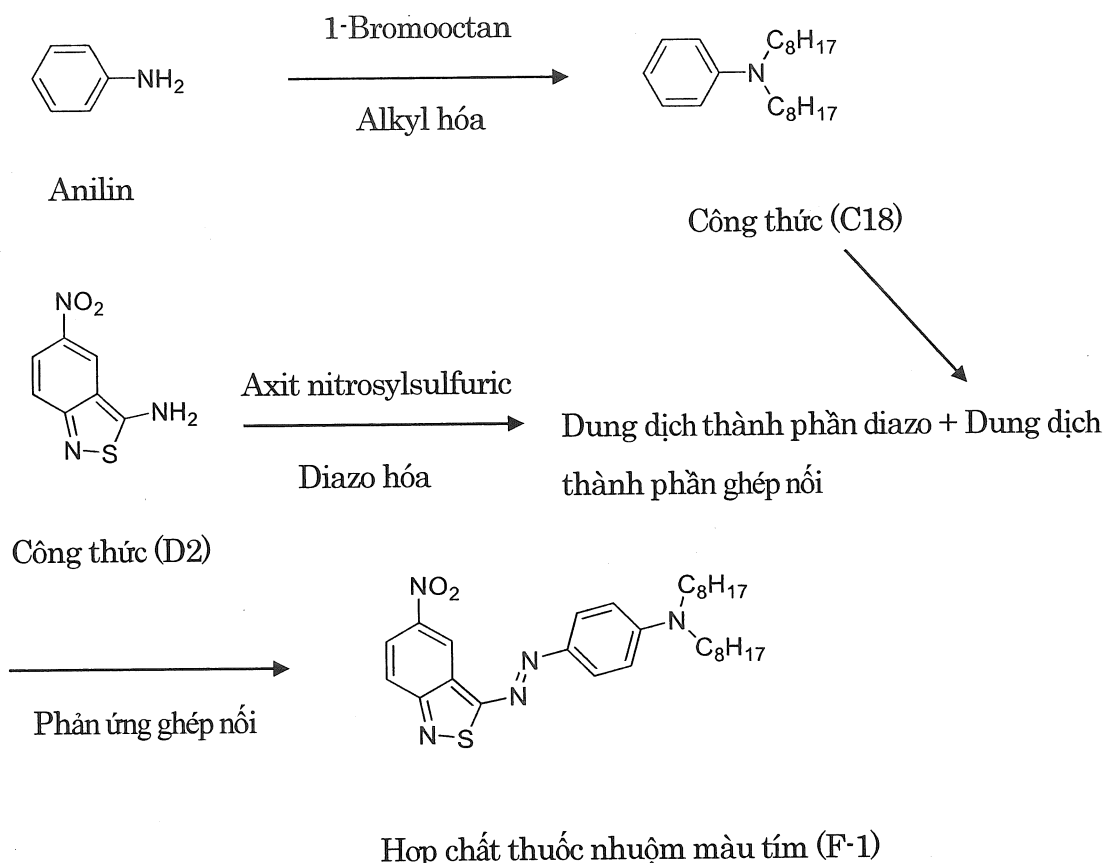


Ví dụ tổng hợp 29

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu tím (F-1)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (F-1) được sản xuất theo sơ đồ sau.

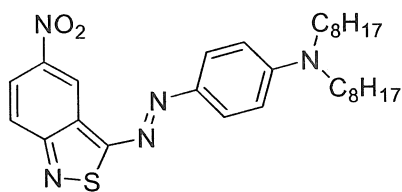
[Công thức hóa học 120]



Dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18) được chuẩn bị theo cách tương tự như ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 24, và dung dịch thành phần diazo có nguồn gốc từ hợp chất được đại diện bởi Công thức (D2) được chuẩn bị theo cách tương tự như ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 9. Phản ứng ghép nối được thực hiện bằng cách nhỏ giọt dung dịch thành phần diazo vào dung dịch thành phần ghép nối ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong hơn 2 giờ trong khi thêm triethylamin (35 g) khi thích hợp. Hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong 20 phút, và sau đó sản phẩm được tách khỏi hỗn hợp phản ứng này bằng cách lọc, được rửa bằng metanol, được rửa bằng nước, và sau đó được làm khô ở 60°C cho đến khi hàm lượng nước là 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn. Do đó, thu được hợp chất thuốc nhuộm màu tím được đại diện bởi Công thức (F-1) bên dưới

(13,0 g; hiệu suất: 49,6%). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu tím đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 524 (M^+)).

[Công thức hóa học 121]



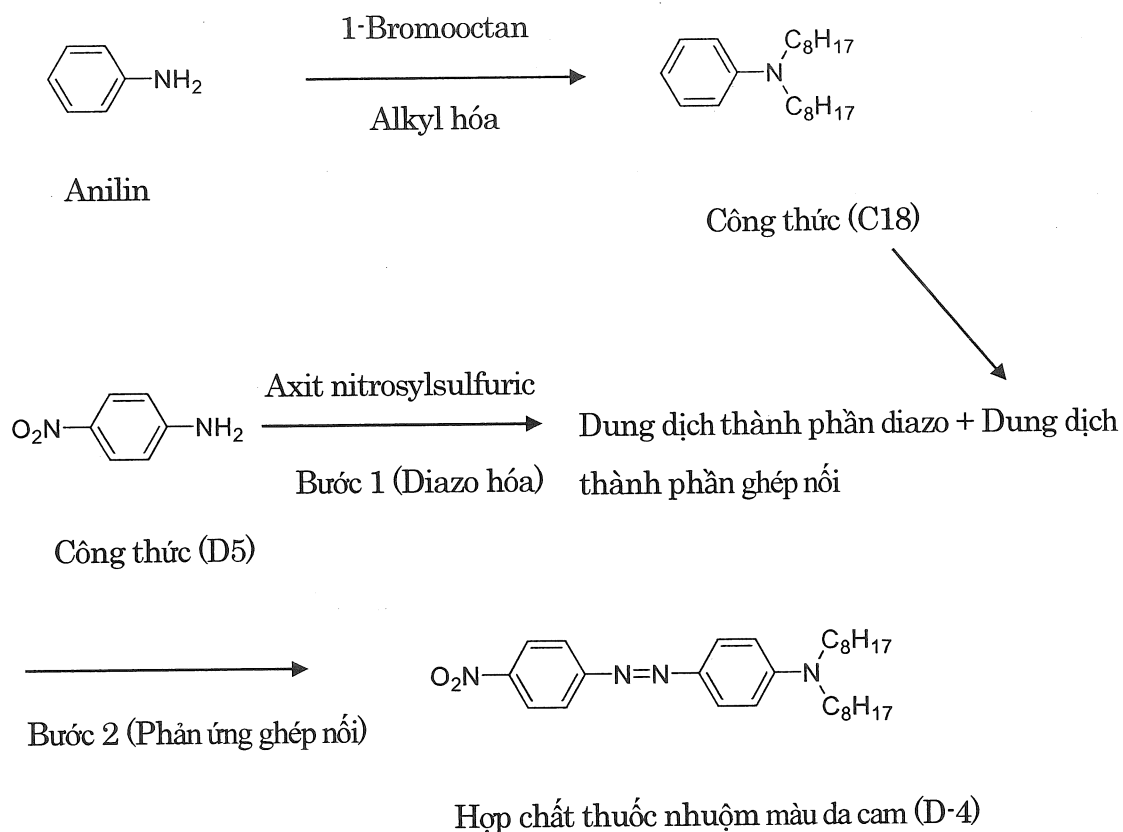
Công thức (F-1)

Ví dụ tổng hợp 30

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-4)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-4) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 122]

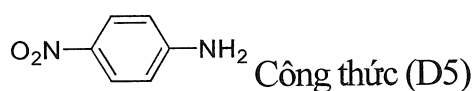


30-A. Chuẩn bị dung dịch thành phần diazo

Bước 1

4-Nitroanilin được đại diện bởi Công thức (D5) bên dưới (6,91 g) được thêm vào hỗn hợp của axit sulfuric đậm đặc (17 g) và axit nitrosylsulfuric 43% (14,7 g) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 35°C, và hỗn hợp thu được được khuấy ở cùng nhiệt độ trong 2 giờ. Do đó, thu được dung dịch thành phần diazo.

[Công thức hóa học 123]

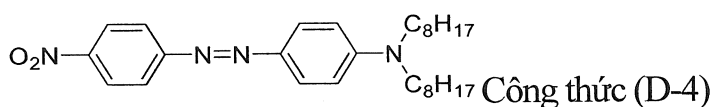


30-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-4) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18) được chuẩn bị theo cách tương tự như ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 24. Phản ứng ghép nối được thực hiện bằng cách nhỏ giọt dung dịch thành phần diazo thu được ở Bước 1 vào dung dịch thành phần ghép nối ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong hơn 1 giờ trong khi bổ sung triethylamin (20 g) khi thích hợp. Hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong 20 phút, và sau đó sản phẩm được tách khỏi hỗn hợp phản ứng này bằng cách lọc, được rửa bằng metanol, được rửa bằng nước, và sau đó được làm khô ở 60°C cho đến khi hàm lượng nước là 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn. Do đó, thu được hợp chất thuốc nhuộm màu da cam được đại diện bởi Công thức (D-4) bên dưới (12,5 g; hiệu suất: 53,5%). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu da cam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 467 (M^+)).

[Công thức hóa học 124]

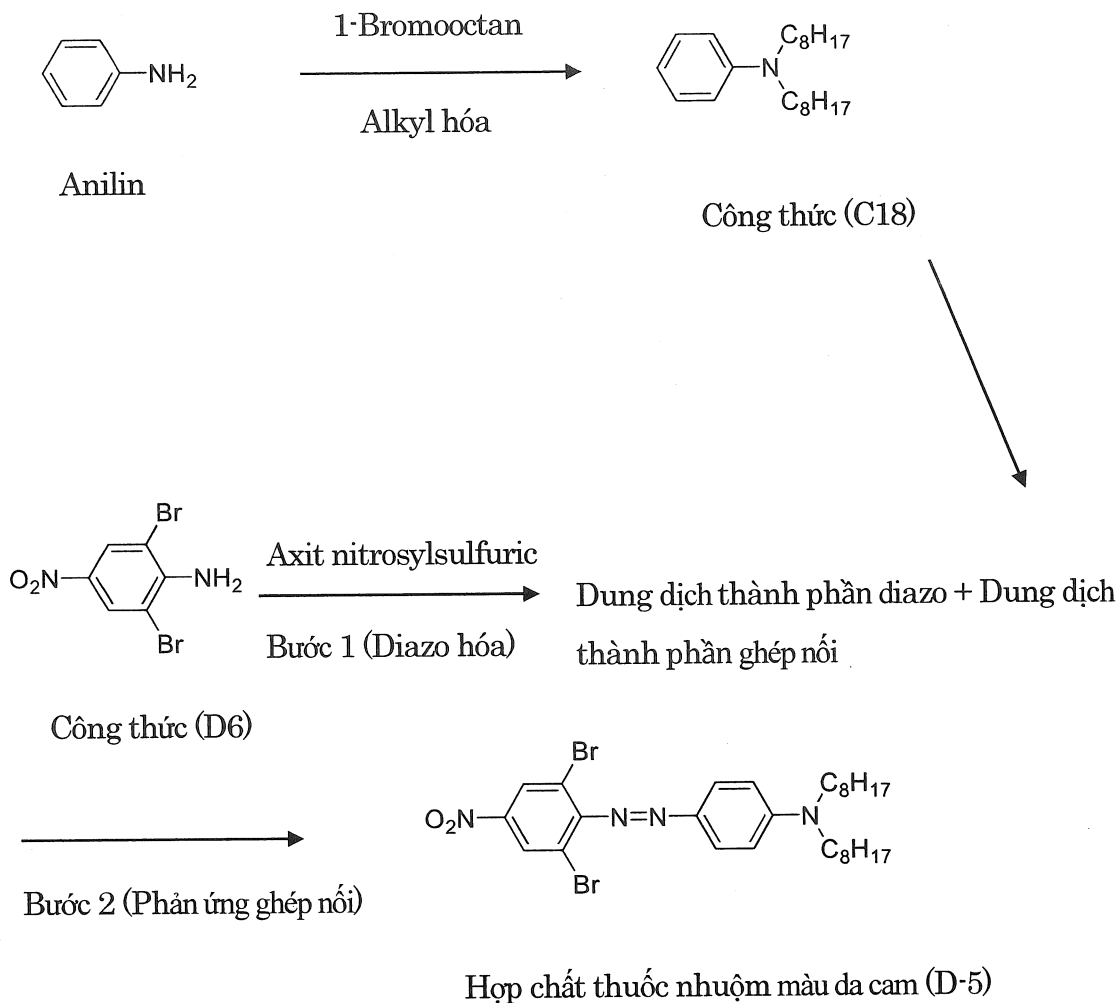


Ví dụ tổng hợp 31

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-5)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-5) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 125]

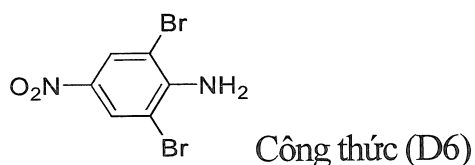


31-A. Chuẩn bị dung dịch thành phần diazo

Bước 1

2,6-Dibromo-4-nitroanilin được đại diện bởi Công thức (D6) bên dưới (14,8 g) được thêm vào hỗn hợp của axit sulfuric đậm đặc (17 g) và axit nitrosylsulfuric 43% (14,7 g) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 25 đến 30°C, và hỗn hợp thu được được khuấy ở cùng nhiệt độ trong 2 giờ. Do đó, thu được dung dịch thành phần diazo.

[Công thức hóa học 126]

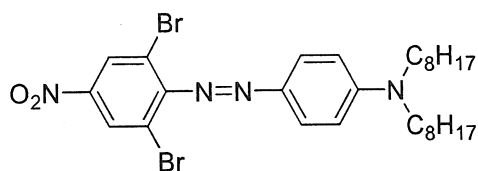


31-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-5) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18) được chuẩn bị theo cách tương tự như ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 24. Phản ứng ghép nối được thực hiện bằng cách nhỏ giọt dung dịch thành phần diazo thu được ở Bước 1 vào dung dịch thành phần ghép nối ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong hơn 1 giờ trong khi bổ sung triethylamin (25 g) khi thích hợp. Hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong 20 phút, và sau đó sản phẩm được tách khỏi hỗn hợp phản ứng này bằng cách lọc, được rửa bằng metanol, được rửa bằng nước, và sau đó được làm khô ở 60°C cho đến khi hàm lượng nước là 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn. Do đó, thu được hợp chất thuốc nhuộm màu da cam được đại diện bởi Công thức (D-5) bên dưới (27,6 g; hiệu suất: 88,6%). Điều này đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 623 (M^+)) rằng hợp chất thuốc nhuộm màu da cam có cấu trúc được đại diện bởi Công thức (D-5) bên dưới.

[Công thức hóa học 127]



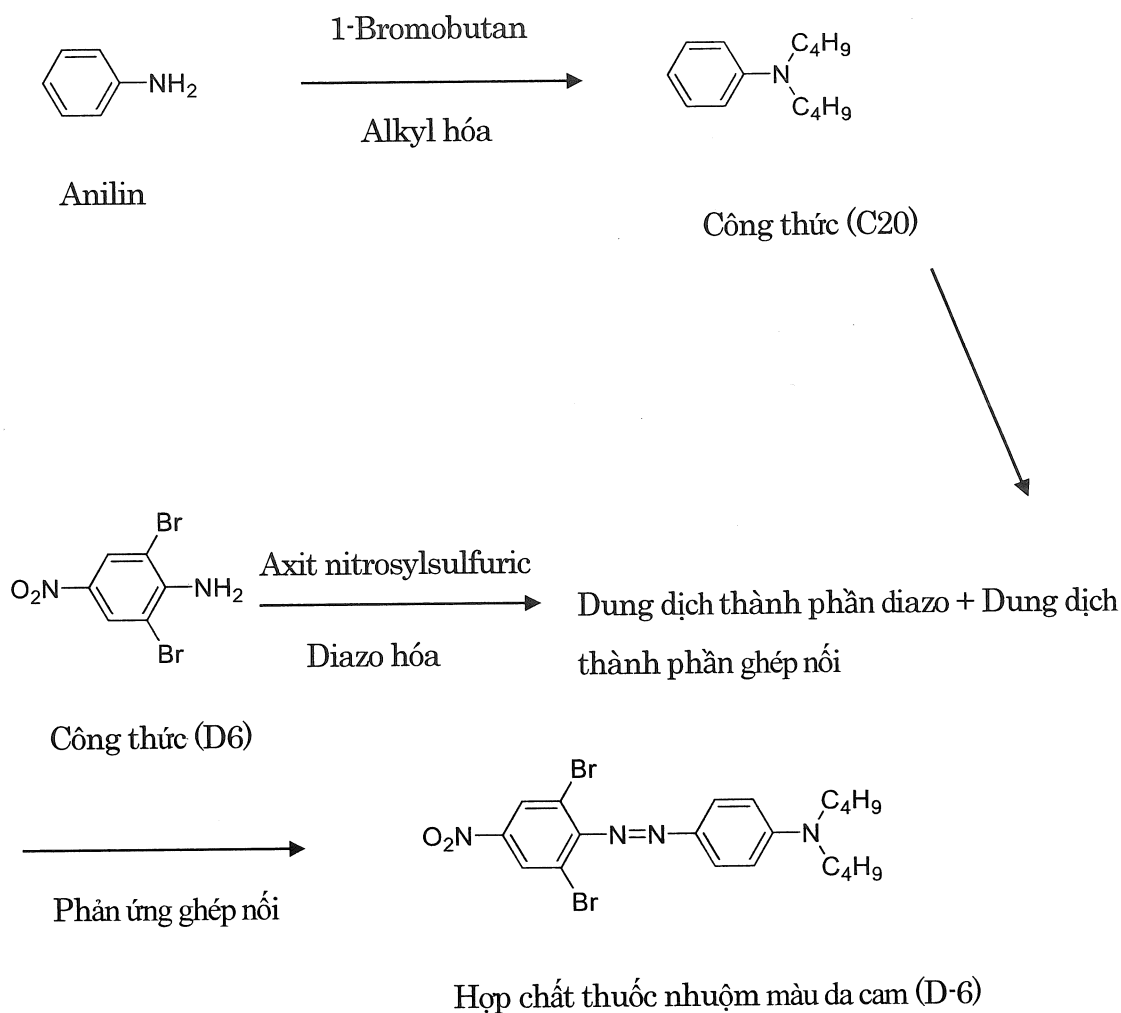
Công thức (D-5)

Ví dụ tổng hợp 32

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-6)]

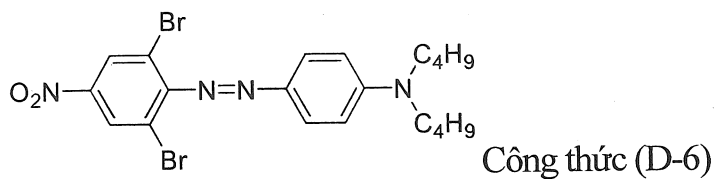
Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-6) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 128]



Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam được đại diện bởi Công thức (D-6) bên dưới (22,8 g; hiệu suất: 89,2%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 1 và 2 của Ví dụ tổng hợp 31, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C20) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu da cam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 511 (M^+)).

[Công thức hóa học 129]

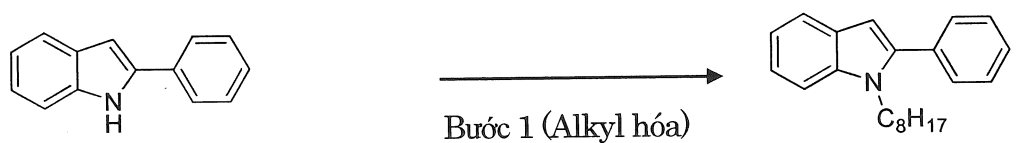


Ví dụ tổng hợp 33

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (E-1)]

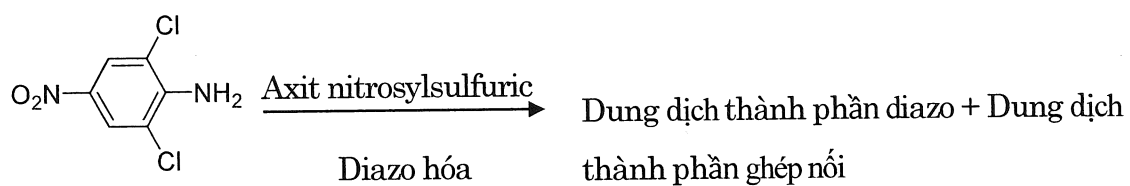
Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (E-1) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 130]

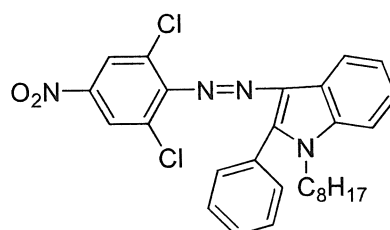
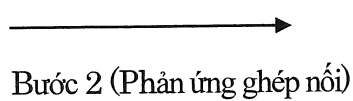


2-Phenyl-1H-indol

Công thức (C21)



Công thức (D4)



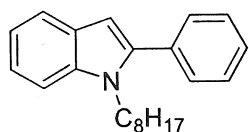
Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (E-1)

33-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C21 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

Hỗn hợp của 2-phenyl-1H-indol (9,67 g), triethylamin (7,5 g), DMF (15 g), và 1-bromooctan (11,6 g) được làm nóng đến 120°C và được khuấy ở cùng nhiệt độ phòng trong 3 giờ. Do đó, thu được N-octyl-2-phenylindol được đại diện bởi Công thức (C21) bên dưới. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C21).

[Công thức hóa học 131]



Công thức (C21)

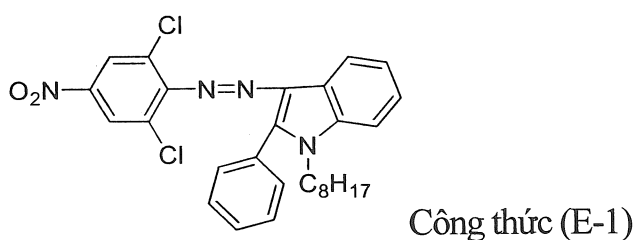
33-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (E-1) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Dung dịch thành phần diazo có nguồn gốc từ hợp chất được đại diện bởi Công thức (D4) được chuẩn bị theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 24. Phản ứng ghép nối được thực hiện bằng cách nhỏ giọt dung dịch thành phần diazo vào dung dịch thành phần ghép nối thu được ở Bước 1 ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong hơn 1 giờ trong khi bổ sung triethylamin (20 g) khi thích hợp. Hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong 20 phút, và sau đó sản phẩm

được tách khỏi hỗn hợp phản ứng này bằng cách lọc, được rửa bằng metanol, được rửa bằng nước, và sau đó được làm khô ở 60°C cho đến khi hàm lượng nước là 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn. Do đó, thu được hợp chất thuốc nhuộm màu da cam được đại diện bởi Công thức (E-1) bên dưới (11,3 g; hiệu suất: 43,2%). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu da cam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 523 (M^+)).

[Công thức hóa học 132]

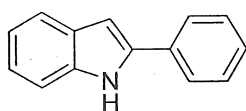


Ví dụ tổng hợp 34

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (E-2)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (E-2) được sản xuất theo sơ đồ sau.

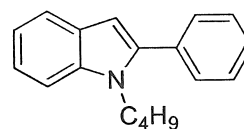
[Công thức hóa học 133]



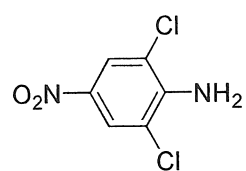
2-Phenyl-1H-indol

1-Bromobutan

Bước 1 (Alkyl hóa)



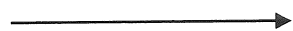
Công thức (C22)



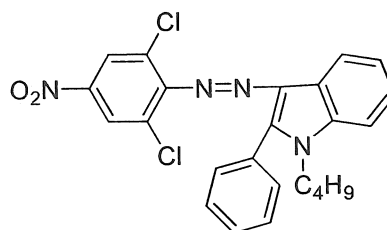
Công thức (D4)

Axit nitrosylsulfuric

Diazo hóa

Dung dịch thành phần diazo + Dung dịch
thành phần ghép nối

Bước 2 (Phản ứng ghép nối)



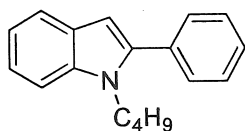
Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (E-2)

34-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C22 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-butyl-2-phenylindol được đại diện bởi Công thức (C22) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 33, ngoại trừ 1-bromobutan (7,53 g) được sử dụng thay cho 1-bromoocetan. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C22).

[Công thức hóa học 134]



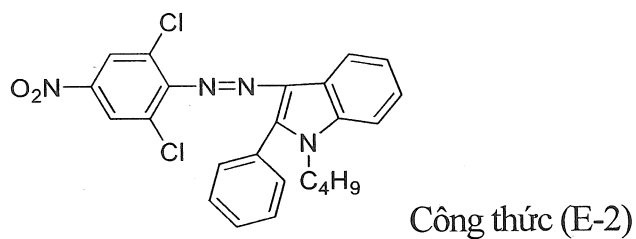
Công thức (C22)

34-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (E-2) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam được đại diện bởi Công thức (E-2) bên dưới (14,5 g; hiệu suất: 62,1%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 1 và 2 của Ví dụ tổng hợp 33, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C22) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C21). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu da cam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 467 (M^+)).

[Công thức hóa học 135]

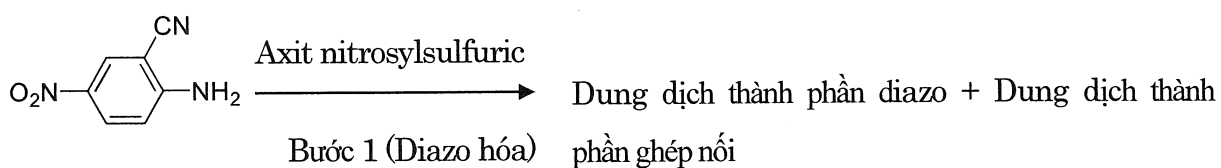
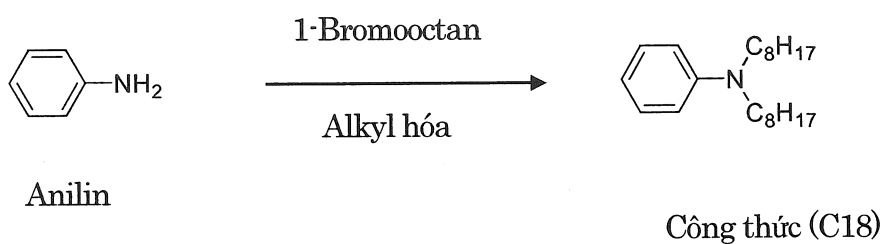


Ví dụ tổng hợp 35

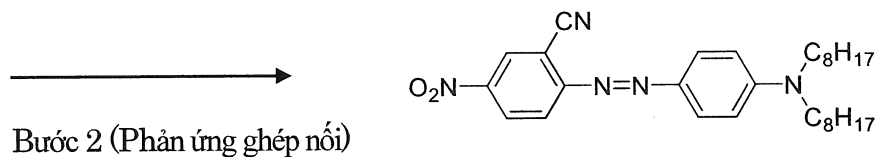
[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (D-7)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (D-7) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 136]



Công thức (D7)



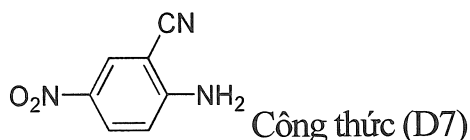
Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (D-7)

35-A. Chuẩn bị dung dịch thành phần diazo

Bước 1

2-Xyano-4-nitroanilin được đại diện bởi Công thức (D7) bên dưới (8,15 g) được thêm vào hỗn hợp của axit sulfuric đậm đặc (7,5 g), axit axetic (15 g), và axit nitrosylsulfuric 43% (14,9 g) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 25°C, và hỗn hợp thu được được khuấy ở cùng nhiệt độ trong 2 giờ. Do đó, thu được dung dịch thành phần diazo.

[Công thức hóa học 137]



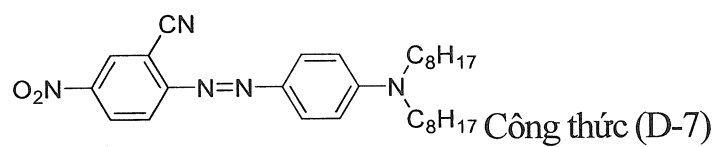
35-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (D-7) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18) được chuẩn bị theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 24. Phản ứng ghép nối được thực hiện bằng cách nhỏ giọt dung dịch thành phần diazo thu được ở Bước 1 vào dung dịch thành phần ghép nối ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong hơn 1 giờ trong khi bổ sung triethylamin (30 g) khi thích hợp. Hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong 20 phút, và sau đó sản phẩm được tách khỏi hỗn hợp phản ứng này bằng cách lọc, được rửa bằng metanol, được rửa bằng nước, và sau đó được làm khô ở 60°C cho đến khi hàm lượng nước là 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn. Do đó, thu được hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ được đại diện bởi Công

thức (D-7) bên dưới (16,9 g; hiệu suất: 68,9%). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 492 (M^+)).

[Công thức hóa học 138]

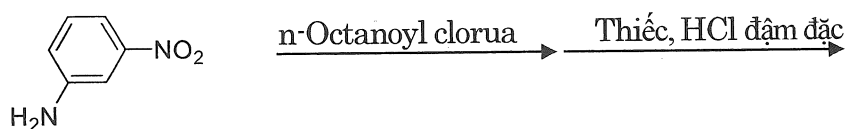


Ví dụ tổng hợp 36

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-8)]

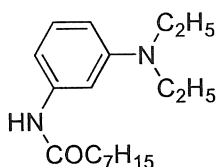
Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-8) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 139]

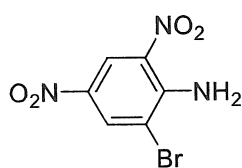


3-Nitroanilin

1-Bromoetan



Công thức (C16)



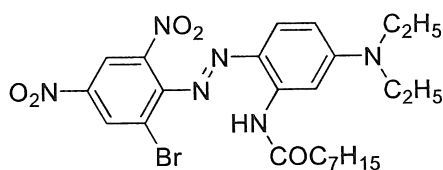
Axit nitrosylsulfuric

Diazo hóa

Dung dịch thành phần diazo + Dung dịch thành phần ghép nối

Công thức (D1)

Phản ứng ghép nối

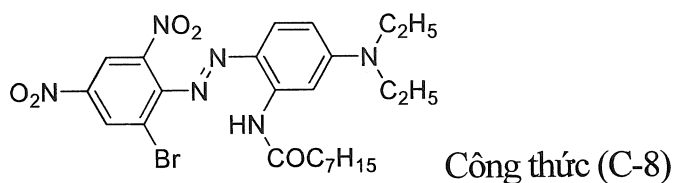


Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-8)

Dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C16) được chuẩn bị theo cách tương tự như ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 16, và dung dịch thành phần diazo có nguồn gốc từ hợp chất được đại diện bởi Công thức (D1) được chuẩn bị theo cách tương tự như ở Bước 5 của Ví dụ tổng hợp 1. Phản ứng ghép nối được thực hiện bằng cách nhỏ giọt dung dịch thành phần diazo vào dung dịch thành

phần ghép nối ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong hơn 2 giờ trong khi thêm triethylamin (32 g) khi thích hợp. Hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong 20 phút, và sau đó sản phẩm được tách khỏi hỗn hợp phản ứng này bằng cách lọc, được rửa bằng metanol, được rửa bằng nước, và sau đó được làm khô ở 60°C cho đến khi hàm lượng nước là 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn. Do đó, thu được hợp chất thuốc nhuộm màu tím được đại diện bởi Công thức (C-8) bên dưới (6,14 g; hiệu suất: 21,8%). Điều này đã được xác nhận thông qua các phân tích trọng lượng phân tử LCMS (m/z 563 (M^+)) rằng hợp chất thuốc nhuộm màu tím có cấu trúc được đại diện bởi Công thức (C-8) bên dưới.

[Công thức hóa học 140]

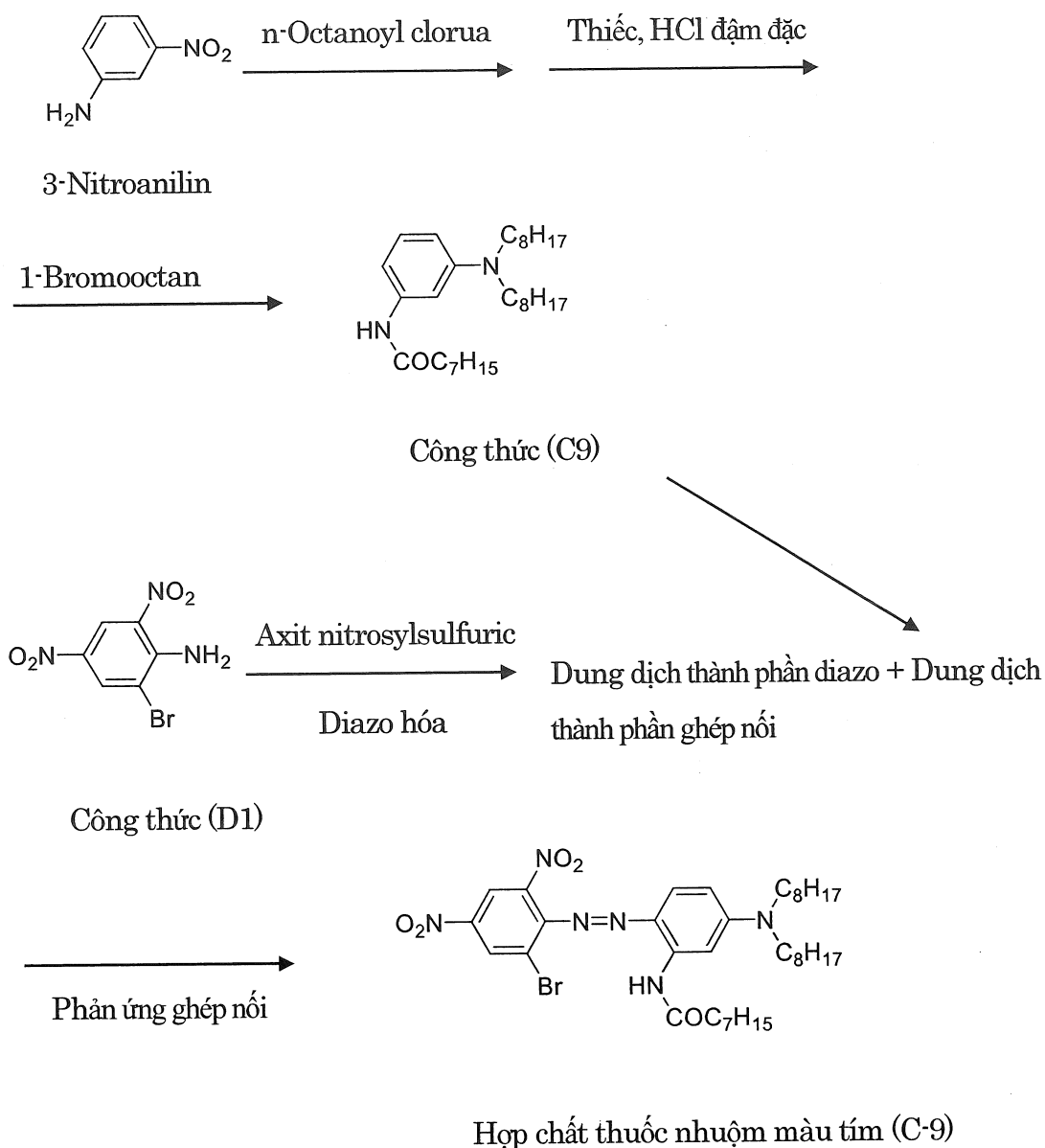


Ví dụ tổng hợp 37

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-9)]

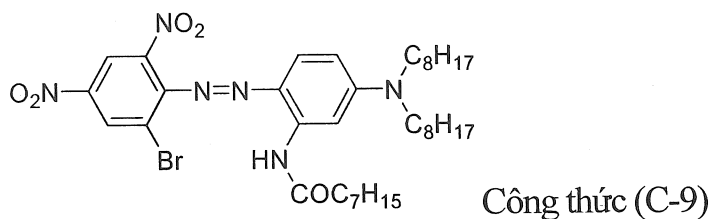
Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-9) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 141]



Hợp chất thuốc nhuộm màu tím được đại diện bởi Công thức (C-9) bên dưới (12,1 g) thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 36, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C16). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu tím đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 731 (M^+)).

[Công thức hóa học 142]

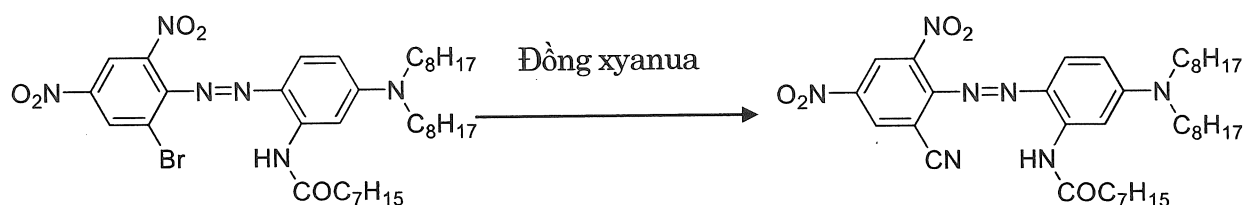


Ví dụ tổng hợp 38

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-10)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-10) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 143]



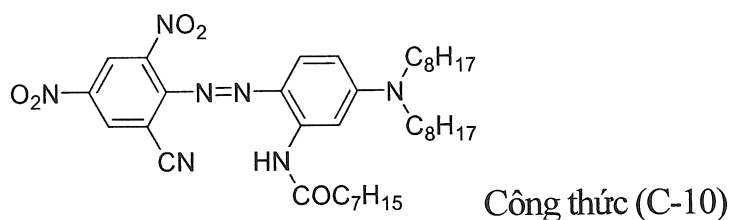
Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-9)

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-10)

Hỗn hợp của natri bromua (5,92 g), trietylamin (0,50 g), và DMF (80 g) được khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 35 đến 40°C trong 15 phút, và sau đó đồng xyanua (5,0 g) được thêm vào đó. Hỗn hợp thu được được khuấy ở cùng nhiệt độ trong 15 phút. Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-9) (34,3 g) được thêm vào hỗn hợp này, và hỗn hợp thu được được làm nóng đến 110°C và được khuấy trong 1 giờ. Hỗn hợp này được làm lạnh đến 80°C, và sau đó hỗn hợp của nước (190 g) và natri hypoclorit (18 g) được thêm vào đó. Hỗn hợp thu được được khuấy ở 70 đến 80°C trong 1 giờ, và sau đó được làm lạnh đến nhiệt độ phòng. Sản phẩm được phân tách từ hỗn hợp phản ứng này bằng cách lọc, được rửa bằng nước, và sau đó được làm khô ở 60°C cho đến khi hàm lượng nước là 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn. Do đó, thu được hợp chất thuốc nhuộm

màu tím được đại diện bởi Công thức (C-10) bên dưới (20,4 g; hiệu suất: 64,2%). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu tím đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 678 (M^+)).

[Công thức hóa học 144]

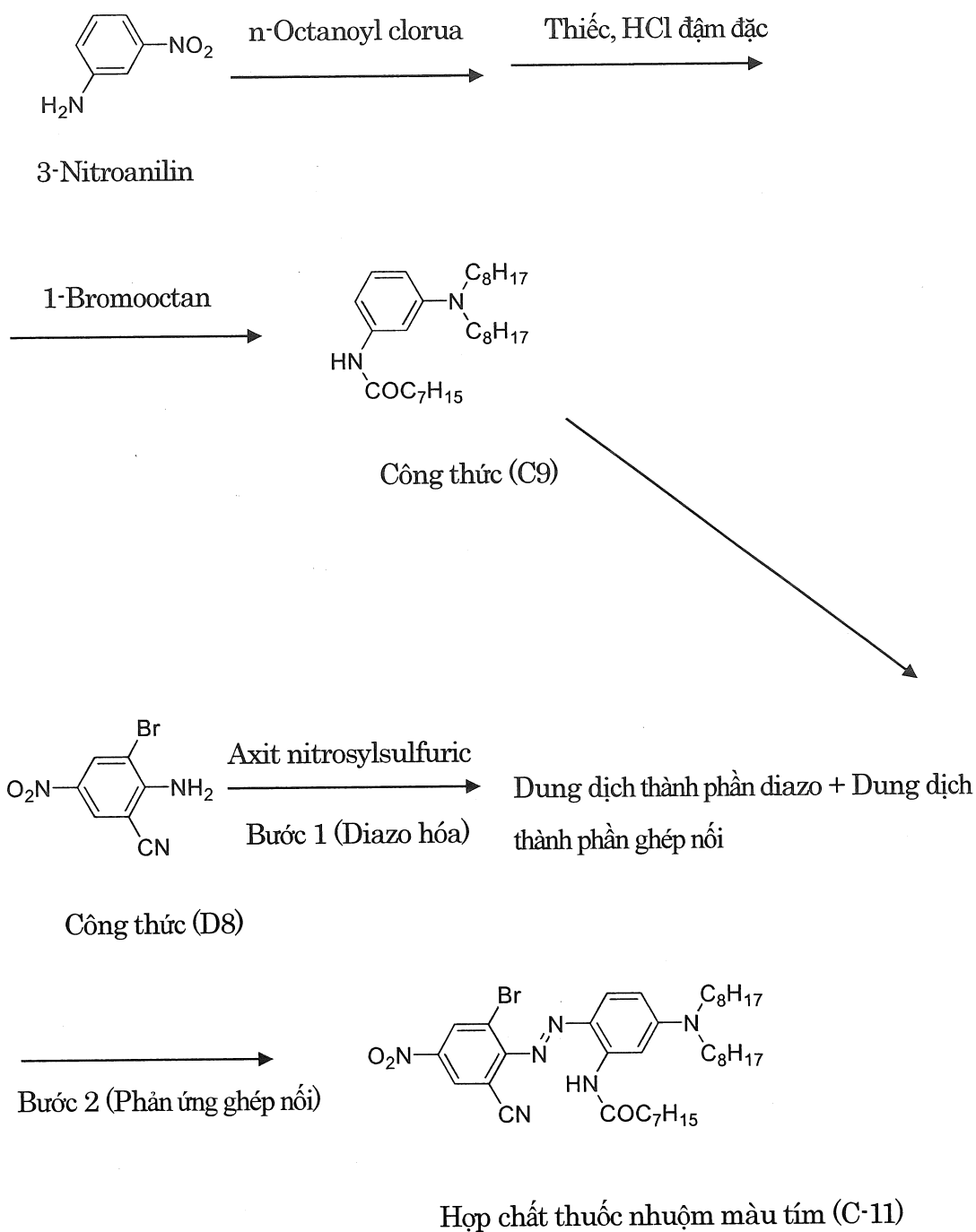


Ví dụ tổng hợp 39

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-11)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-11) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 145]



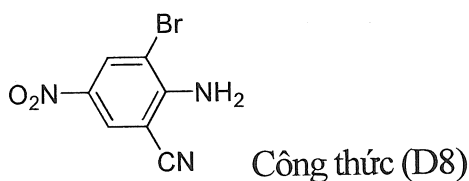
39-A. Chuẩn bị dung dịch thành phần diazo

Bước 1

2-Bromo-6-cyano-4-nitroanilin được đại diện bởi Công thức (D8) bên dưới (11,1 g) được thêm vào hỗn hợp của axit sulfuric đậm đặc (10,7 g) và axit axetic (28,8 g) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 25°C. Axit nitrosylsulfuric 43% (15,6 g)

được thêm vào hỗn hợp này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 25°C, và hỗn hợp thu được được khuấy ở cùng nhiệt độ trong 2 giờ. Do đó, thu được dung dịch thành phần diazo.

[Công thức hóa học 146]

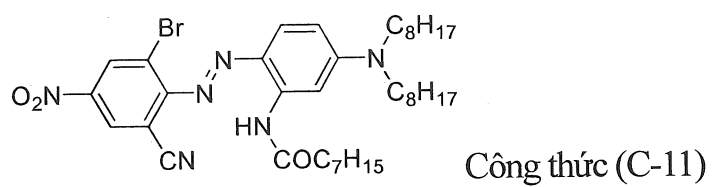


39-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-11) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9) được chuẩn bị theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 3 của Ví dụ tổng hợp 9. Phản ứng ghép nối được thực hiện bằng cách nhỏ giọt dung dịch thành phần diazo thu được ở Bước 1 vào dung dịch thành phần ghép nối ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong hơn 2 giờ trong khi thêm triethylamin (20 g) khi thích hợp. Hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 10°C trong 20 phút, và sau đó sản phẩm được tách khỏi hỗn hợp phản ứng này bằng cách lọc, được rửa bằng metanol, được rửa bằng nước, và sau đó được làm khô ở 60°C cho đến khi hàm lượng nước là 1,0 % khối lượng hoặc nhỏ hơn. Do đó, thu được hợp chất thuốc nhuộm màu tím được đại diện bởi Công thức (C-11) bên dưới (16,0 g; hiệu suất: 45,0%). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu tím đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 711 (M^+)).

[Công thức hóa học 147]

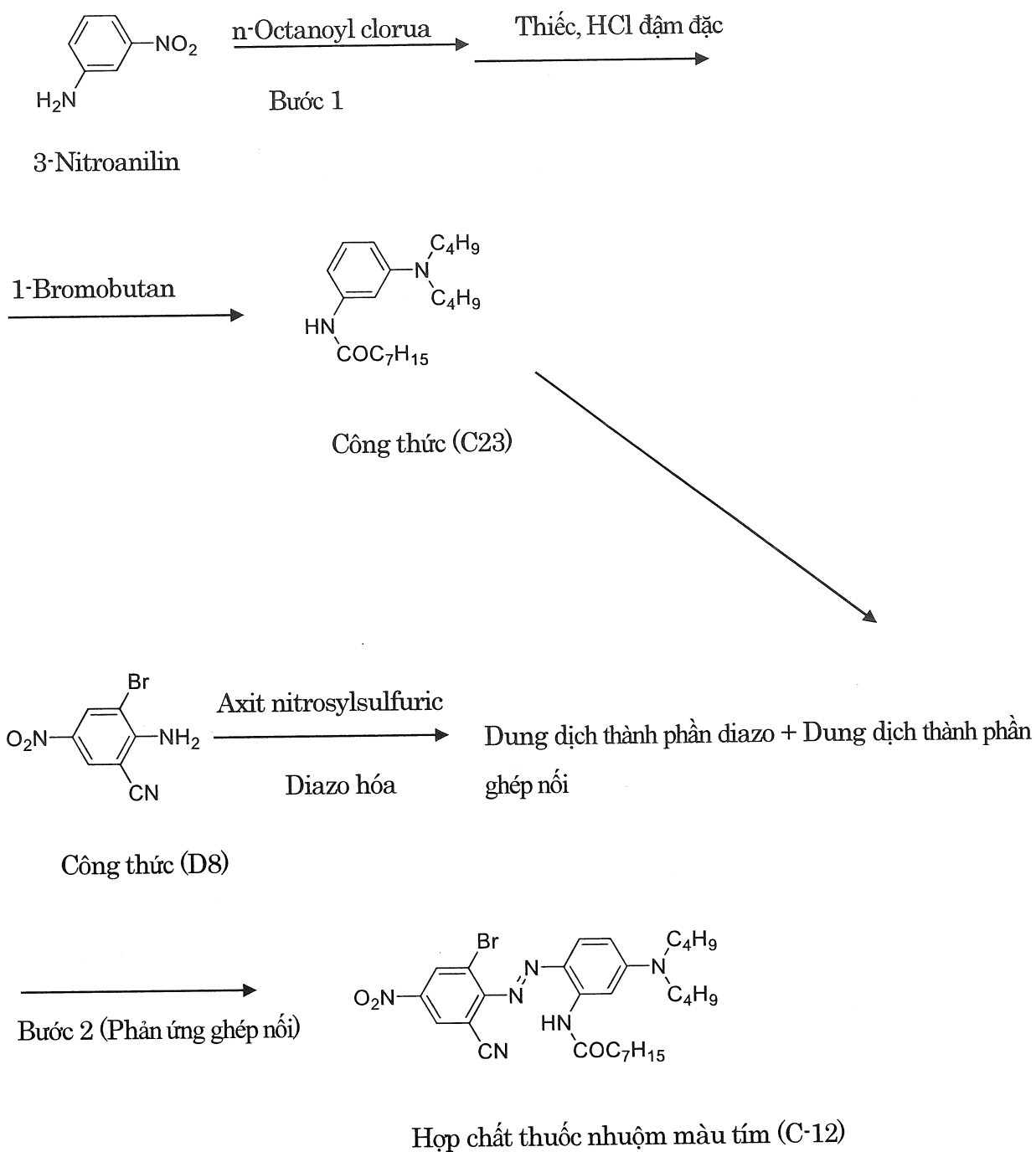


Ví dụ tổng hợp 40

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-12)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-12) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 148]



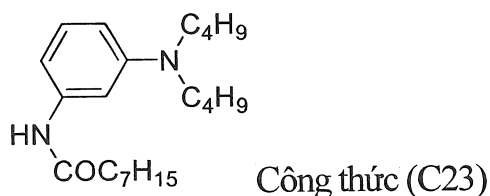
40-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C23 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dibutylamino)phenyl]octanamid được đại diện bởi Công thức (C23) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 3 của Ví dụ tổng hợp 9,

ngoại trừ 1-bromobutan (27,4 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 9. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C23).

[Công thức hóa học 149]

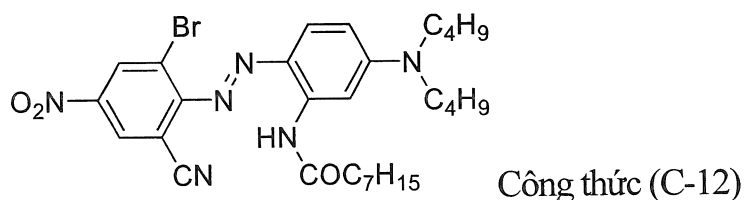


40-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-12) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím được đại diện bởi Công thức (C-12) bên dưới (5,99 g; hiệu suất: 20,0%) thu được theo cách tương tự như ở Bước 2 của Ví dụ tổng hợp 39, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C23) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu tím đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 599 (M^+)).

[Công thức hóa học 150]

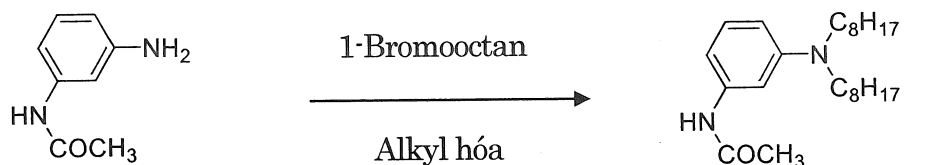


Ví dụ tổng hợp 41

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-13)]

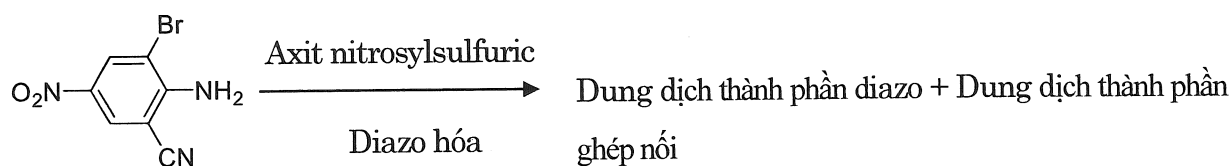
Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-13) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 151]

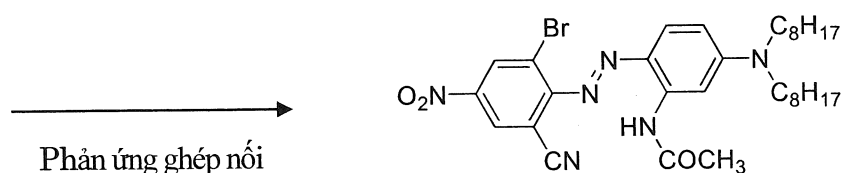


3'-aminoacetanilide

Công thức (C12)



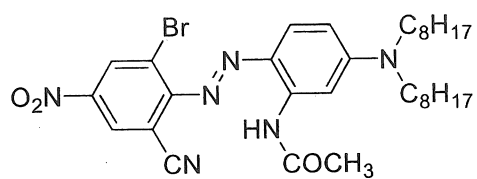
Công thức (D8)



Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-13)

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím được đại diện bởi Công thức (C-13) bên dưới (23,5 g; hiệu suất: 75,0%) thu được theo cách tương tự như ở Bước 2 của Ví dụ tổng hợp 39, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C12) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu tím đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 627 (M^+)).

[Công thức hóa học 152]



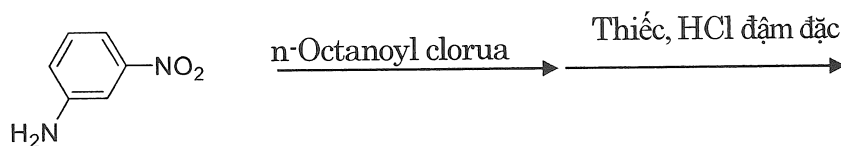
Công thức (C-13)

Ví dụ tổng hợp 42

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-14)]

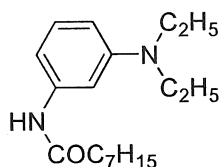
Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-14) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 153]

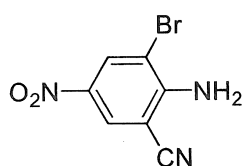


3-Nitroanilin

1-Bromoetan



Công thức (C16)



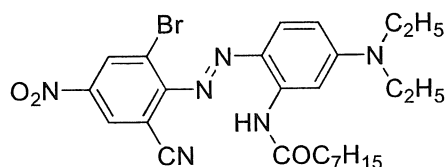
Axit nitrosylsulfuric

Diazo hóa

Dung dịch thành phần diazo + Dung dịch thành phần ghép nối

Công thức (D8)

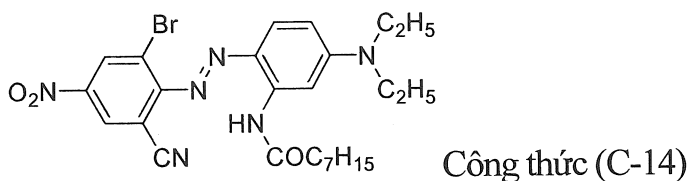
Phản ứng ghép nối



Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-14)

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím được đại diện bởi Công thức (C-14) bên dưới (10,8 g; hiệu suất: 39,8%) thu được theo cách tương tự như ở Bước 2 của Ví dụ tổng hợp 39, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C16) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu tím đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 543 (M^+)).

[Công thức hóa học 154]

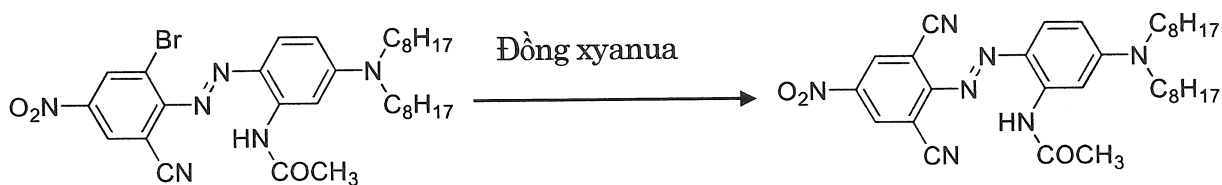


Ví dụ tổng hợp 43

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-15)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-15) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 155]

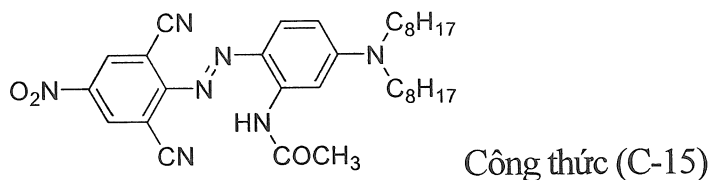


Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-13)

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-15)

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím được đại diện bởi Công thức (C-15) bên dưới (26,9 g; hiệu suất: 93,7%) thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 38, ngoại trừ hợp chất thuốc nhuộm màu tím được đại diện bởi Công thức (C-13) (31,4 g) được sử dụng thay cho hợp chất thuốc nhuộm màu tím được đại diện bởi Công thức (C-9) trong Ví dụ tổng hợp 38. Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu tím đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 574 (M^+)).

[Công thức hóa học 156]

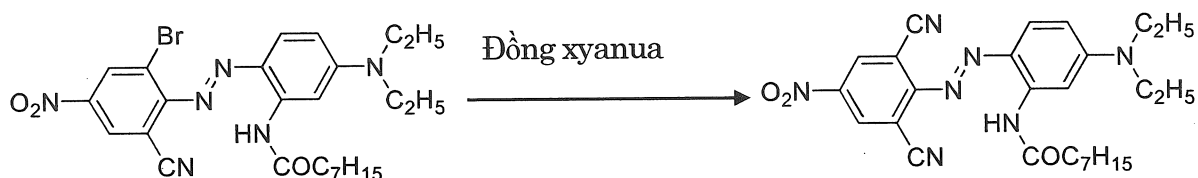


Ví dụ tổng hợp 44

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-16)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-16) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 157]

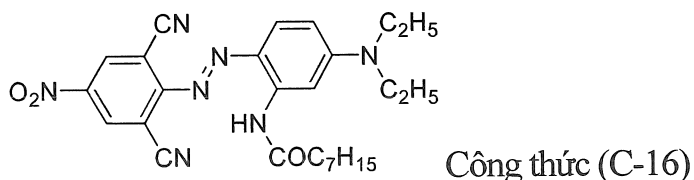


Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-14)

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (C-16)

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím được đại diện bởi Công thức (C-16) bên dưới (22,0 g; hiệu suất: 89,8%) thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 38, ngoại trừ hợp chất thuốc nhuộm màu tím được đại diện bởi Công thức (C-14) (27,2 g) được sử dụng thay cho hợp chất thuốc nhuộm màu tím được đại diện bởi Công thức (C-9) trong Ví dụ tổng hợp 38. Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu tím đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 490 (M^+)).

[Công thức hóa học 158]

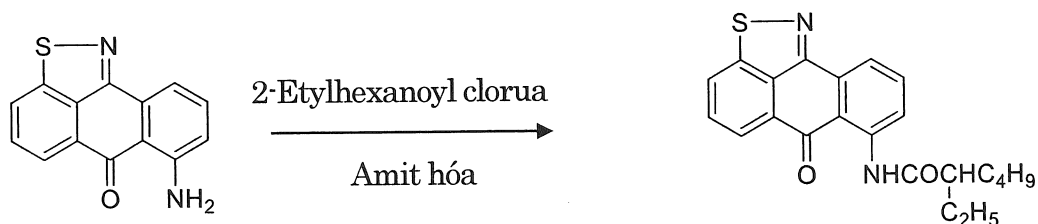


Ví dụ tổng hợp 45

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu vàng (G-3)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu vàng (G-3) được sản xuất theo sơ đồ sau.

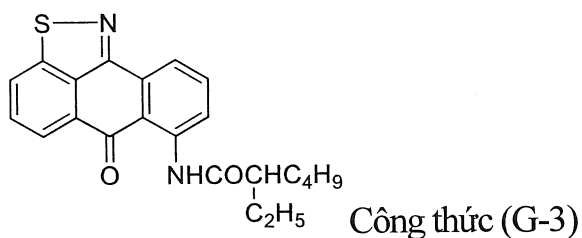
[Công thức hóa học 159]



Hợp chất thuốc nhuộm màu vàng (G-3)

Hợp chất thuốc nhuộm màu vàng được đại diện bởi Công thức (G-3) bên dưới (33,1 g; hiệu suất: 87,3%) thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 28, ngoại trừ 2-ethylhexanoyl chloride (19,5 g) được sử dụng thay cho n-octanoyl chloride trong Ví dụ tổng hợp 28. Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu vàng đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 379 (M^+)).

[Công thức hóa học 160]

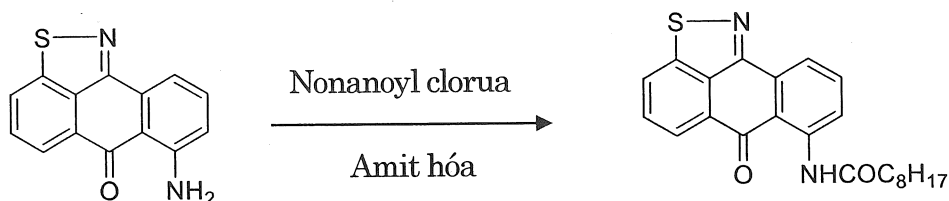


Ví dụ tổng hợp 46

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu vàng (G-4)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu vàng (G-4) được sản xuất theo sơ đồ sau.

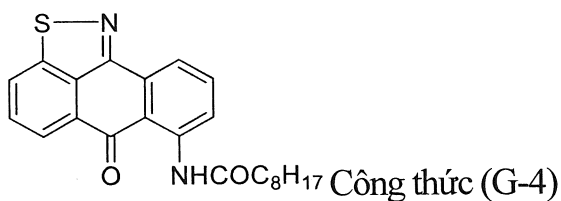
[Công thức hóa học 161]



Hợp chất thuốc nhuộm màu vàng (G-4)

Hợp chất thuốc nhuộm màu vàng được đại diện bởi Công thức (G-4) bên dưới (31,0 g; hiệu suất: 78,9%) thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 28, ngoại trừ nonanoyl clorua (21,2 g) được sử dụng thay cho n-octanoyl clorua trong Ví dụ tổng hợp 28. Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu vàng đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 393 (M^+)).

[Công thức hóa học 162]

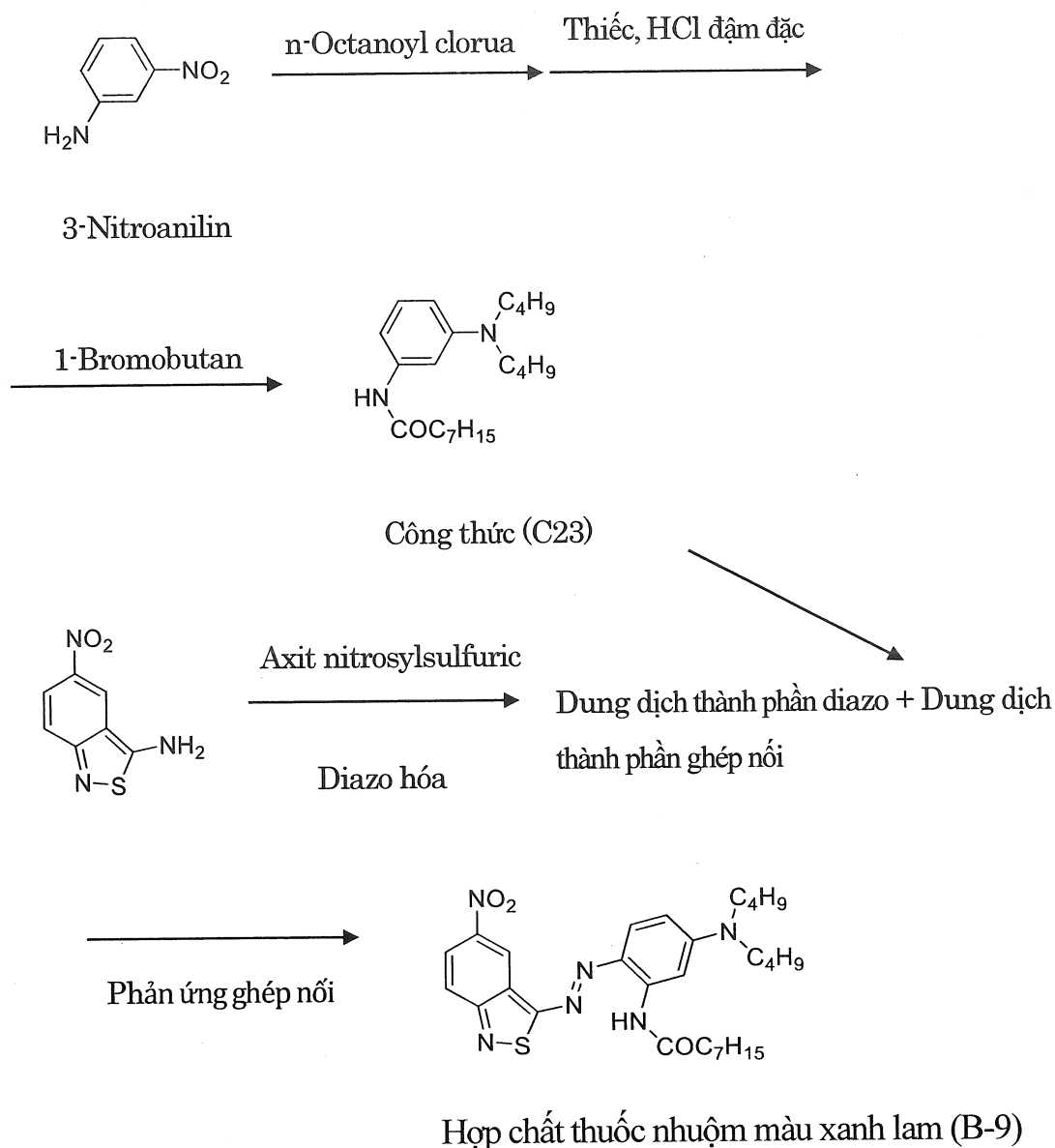


Ví dụ tổng hợp 47

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-9)]

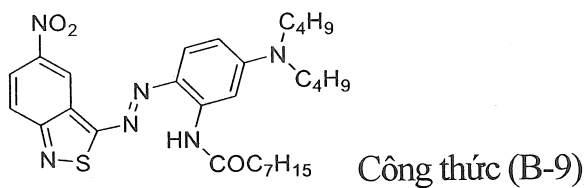
Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-9) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 163]



Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (B-9) bên dưới (9,12 g; hiệu suất: 33,0%) thu được theo cách tương tự như ở Bước 5 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C23) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 553 (M^+)).

[Công thức hóa học 164]

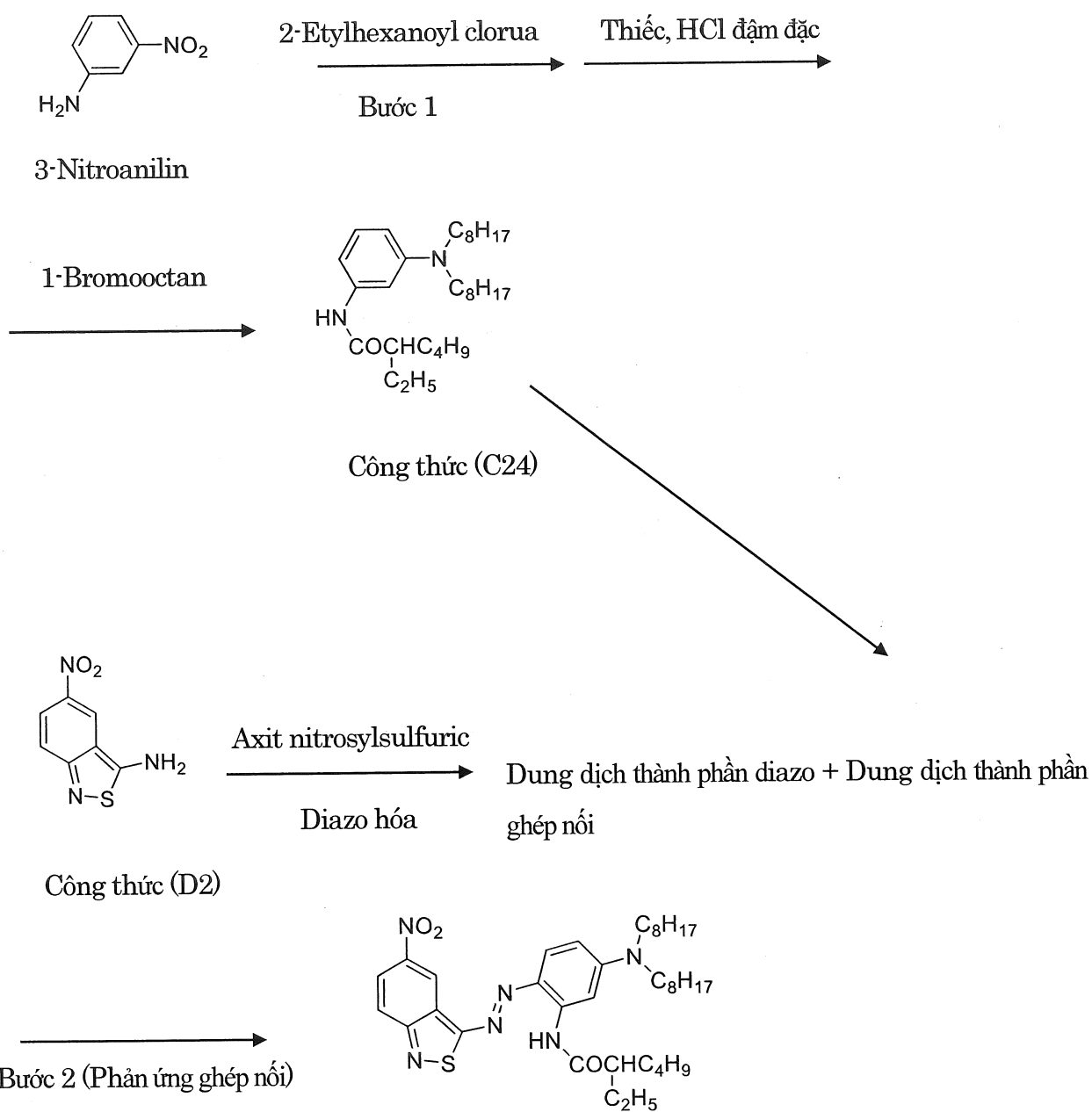


Ví dụ tổng hợp 48

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-10)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-10) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 165]

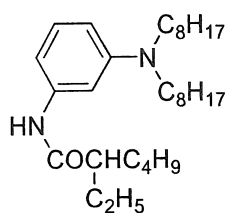


48-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C24 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dioctylamino)phenyl]-2-ethylhexanamit được đại diện bởi Công thức (C24) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 3 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ 2-ethylhexanoyl clorua (34,2 g) được sử dụng thay cho n-octanoyl clorua ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 9. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C24).

[Công thức hóa học 166]



Công thức (C24)

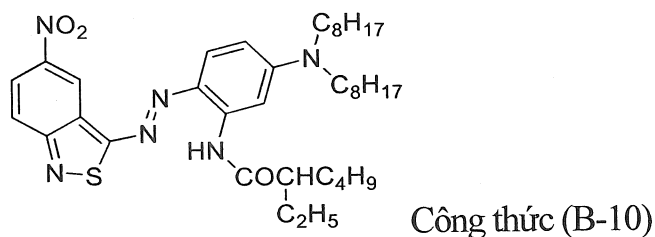
48-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-10) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (B-10) bên dưới (19,0 g; hiệu suất: 57,1%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 4 và 5 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C24) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua

các phân tích LCMS (m/z 665 (M^+)).

[Công thức hóa học 167]

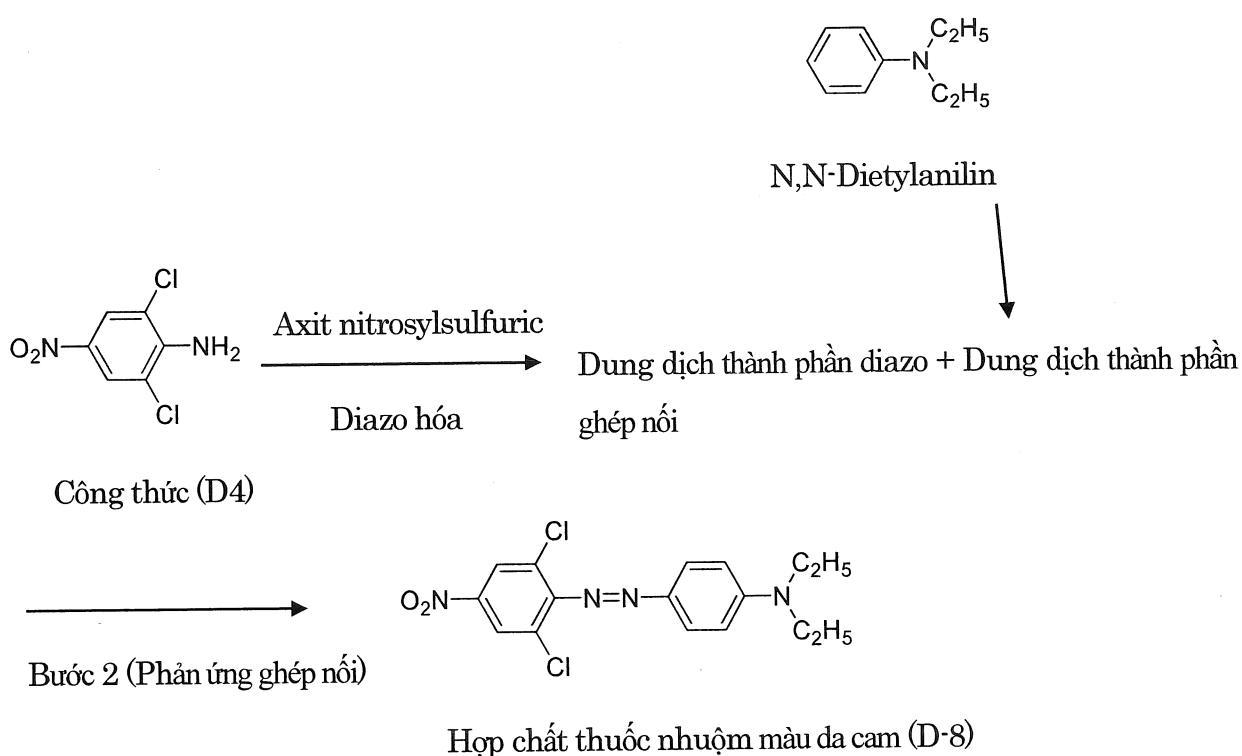


Ví dụ tổng hợp 49

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-8)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-8) được sản xuất theo sơ đồ sau.

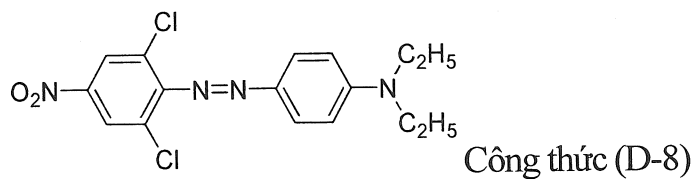
[Công thức hóa học 168]



Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam được đại diện bởi Công thức (D-8) bên dưới (15,2 g; hiệu suất: 82,8%) thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 24, ngoại trừ N,N-dietylanilin (7,45 g) được sử dụng làm hợp chất ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu

da cam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 367 (M^+)).

[Công thức hóa học 169]

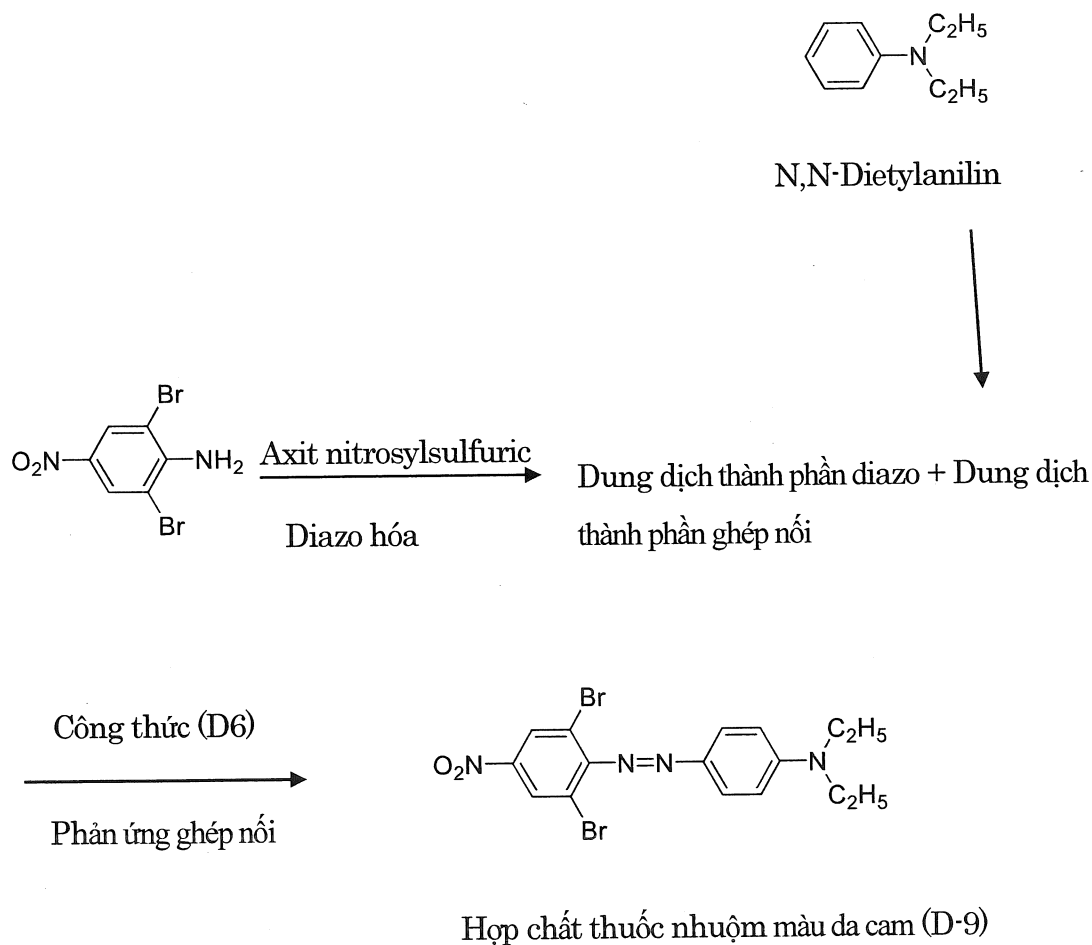


Ví dụ tổng hợp 50

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-9)]

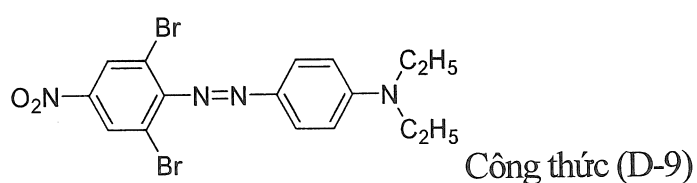
Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-9) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 170]



Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam được đại diện bởi Công thức (D-9) bên dưới (18,2 g; hiệu suất: 80,0%) thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 31, ngoại trừ N,N-dietylanilin (7,45 g) được sử dụng làm hợp chất ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu da cam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 455 (M^+)).

[Công thức hóa học 171]

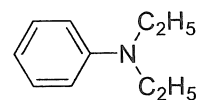


Ví dụ tổng hợp 51

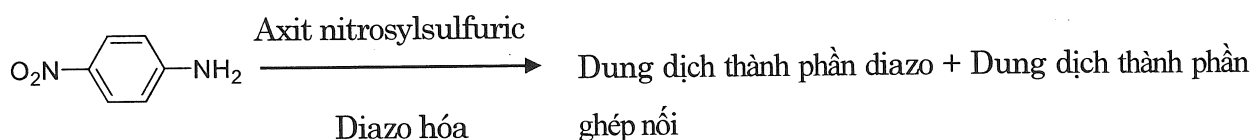
[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-10)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-10) được sản xuất theo sơ đồ sau.

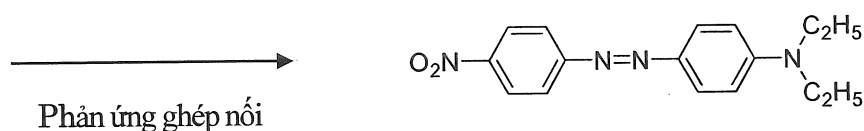
[Công thức hóa học 172]



N,N-Diethylanilin



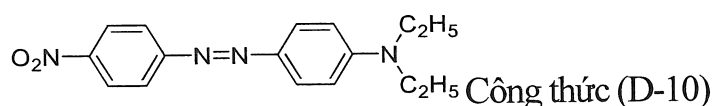
Công thức (D5)



Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-10)

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam được đại diện bởi Công thức (D-10) bên dưới (9,35 g; hiệu suất: 62,5%) thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 30, ngoại trừ N,N-diethylanilin (7,45 g) được sử dụng làm hợp chất ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu da cam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 299 (M^+)).

[Công thức hóa học 173]

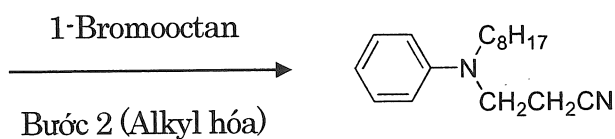
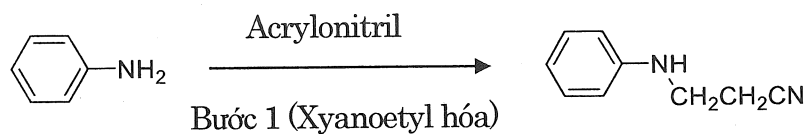


Ví dụ tổng hợp 52

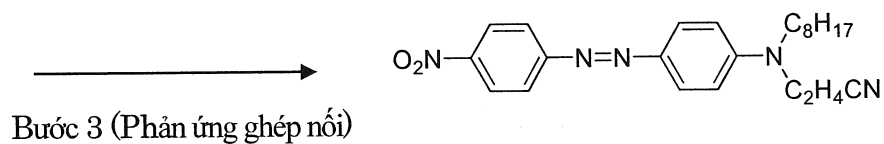
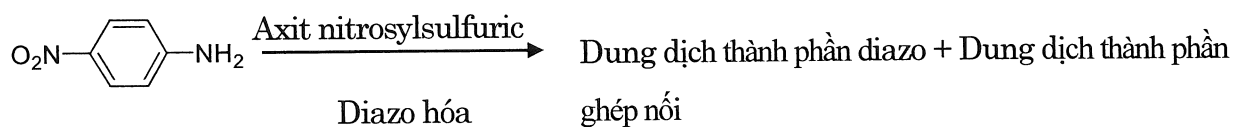
[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-11)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-11) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 174]



Công thức (C25)



Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-11)

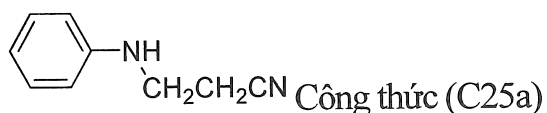
52-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C25 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

Hỗn hợp của anilin (18,6 g), axit axetic (50 g), đồng clorua (1,3 g), và

acrylonitril (20 g) được làm nóng đến 110°C và được khuấy trong 3 giờ. Hỗn hợp này được làm lạnh đến nhiệt độ phòng, và sau đó toluen (100 g) và dung dịch nước natri cacbonat 10% (150 g) đã được thêm vào đó để chiết xuất một lớp hữu cơ. Phần chiết này được rửa bằng dung dịch muối bão hòa, và sau đó dung môi được chưng cất dưới áp suất giảm. Do đó, thu được N-xyanoetylanilin được đại diện bởi Công thức (C25a) bên dưới (28,7 g; hiệu suất: 98,2%) dưới dạng sản phẩm thô.

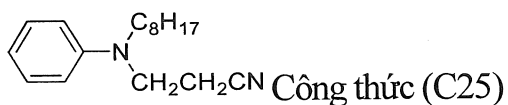
[Công thức hóa học 175]



Bước 2

Hỗn hợp của N-xyanoetylanilin thu được ở Bước nêu trên (28,7 g), triethylamin (15 g), DMF (15 g), và 1-bromooctan (14,5 g) được làm nóng đến 120°C và được khuấy ở cùng nhiệt độ phòng trong 3 giờ. Do đó, thu được N-xyanoetyl-N-octylanilin được đại diện bởi Công thức (C25) bên dưới. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C25).

[Công thức hóa học 176]

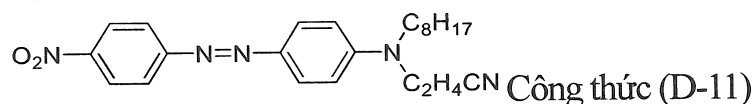


52-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-11) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 3

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam được đại diện bởi Công thức (D-11) bên dưới (10,6 g; hiệu suất: 52,0%) thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 30, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C25) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu da cam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 408 (M^+)).

[Công thức hóa học 177]

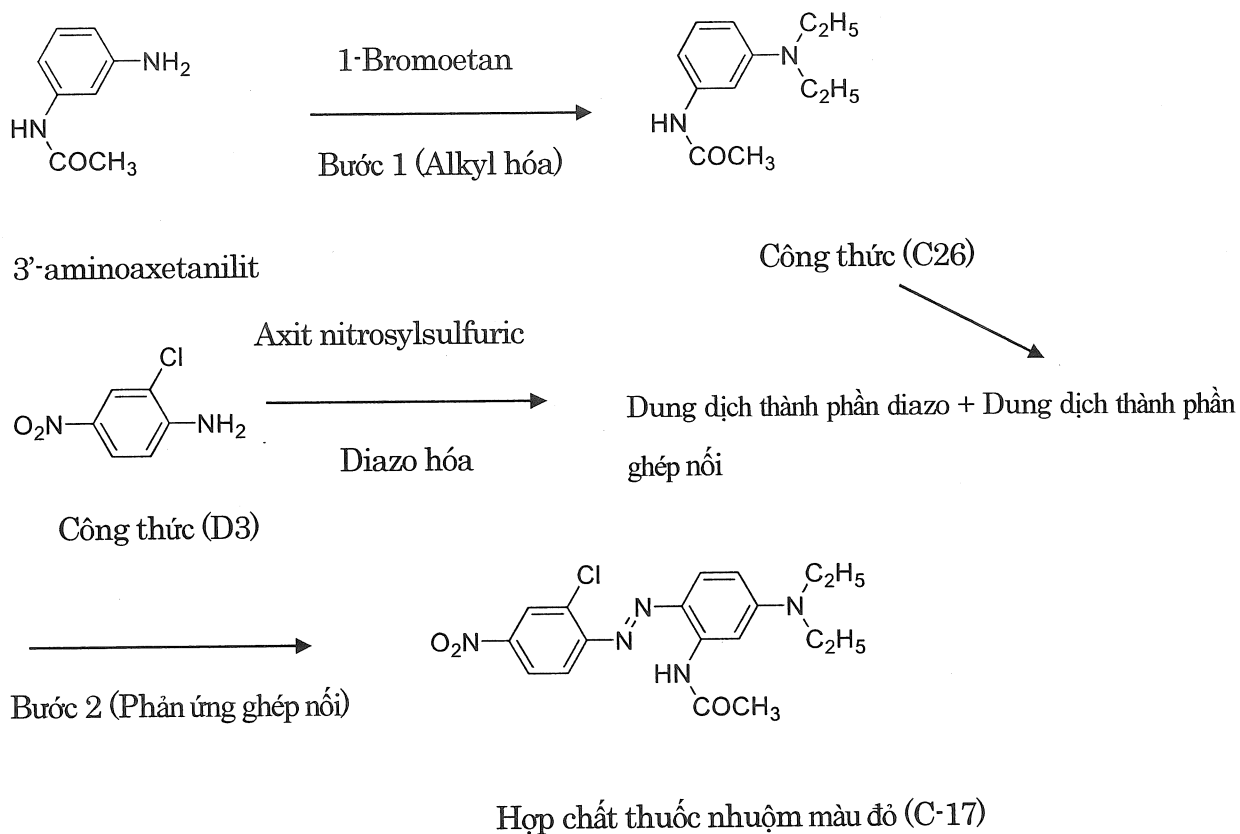


Ví dụ tổng hợp 53

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-17)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-17) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 178]

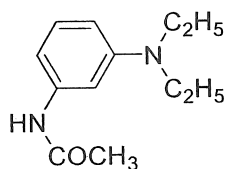


53-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C26 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-diethylamino) phenyl]acetanilide được đại diện bởi Công thức (C26) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ 3'-aminoacetanilide (7,50 g) được sử dụng thay cho N-(3-amino-4-methoxyphenyl) octanamide, và 1-bromoethane (27,3 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctane. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C26).

[Công thức hóa học 179]



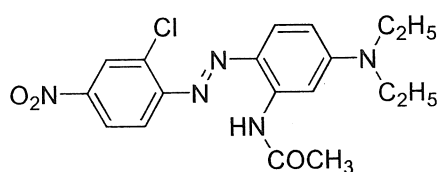
Công thức (C26)

53-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-17) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ được đại diện bởi Công thức (C-17) bên dưới (11,8 g; hiệu suất: 60,5%) thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 17, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C26) được sử dụng làm hợp chất ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 390 (M^+)).

[Công thức hóa học 180]



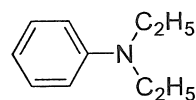
Công thức (C-17)

Ví dụ tổng hợp 54

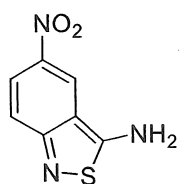
[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu tím (F-2)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (F-2) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 181]



N, N-Dietylanilin



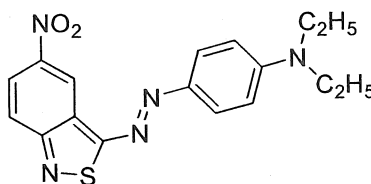
Công thức (D2)

Axit nitrosylsulfuric

Diazo hóa

Dung dịch thành phần diazo + Dung dịch
thành phần ghép nối

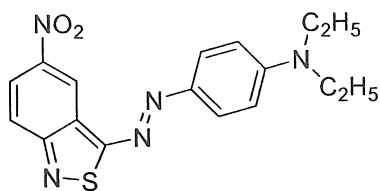
Phản ứng ghép nối



Hợp chất thuốc nhuộm màu tím (F-2)

Hợp chất thuốc nhuộm màu tím được đại diện bởi Công thức (F-2) bên dưới (10,6 g; hiệu suất: 59,6%) thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 29, ngoại trừ N,N-dietylanilin (7,45 g) được sử dụng làm hợp chất ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu tím đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 356 (M^+)).

[Công thức hóa học 182]



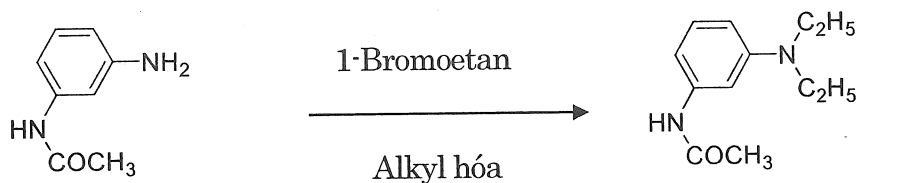
Công thức (F-2)

Ví dụ tổng hợp 55

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-11)]

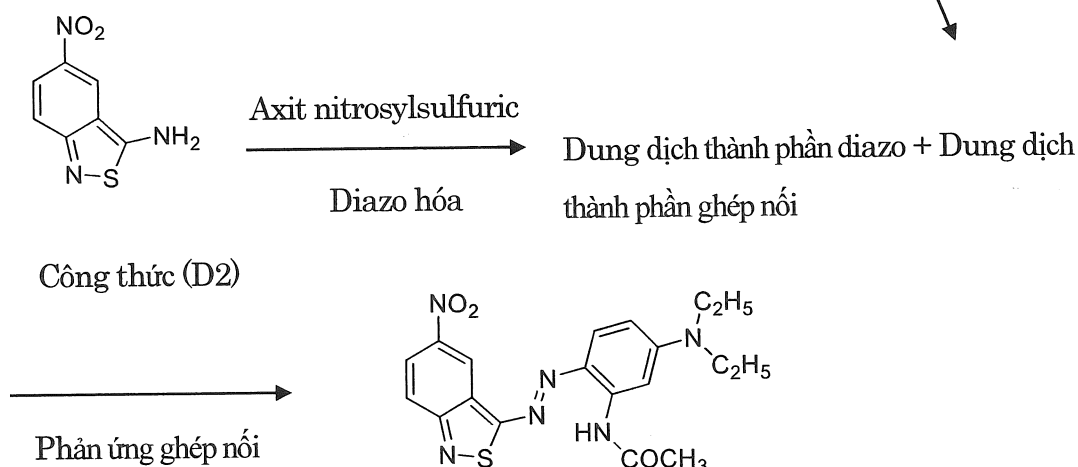
Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-11) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 183]



3'-aminoacetanilide

Công thức (C26)



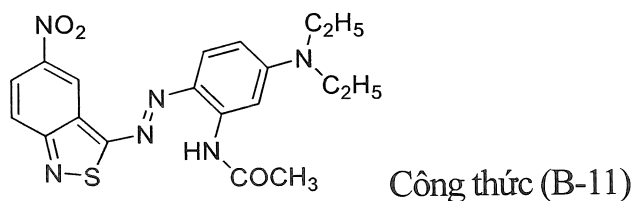
Công thức (D2)

Phản ứng ghép nối

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (B-11)

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (B-11) bên dưới (11,9 g; hiệu suất: 57,6%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 4 và 5 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C26) được sử dụng làm hợp chất ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 413 (M^+)).

[Công thức hóa học 184]



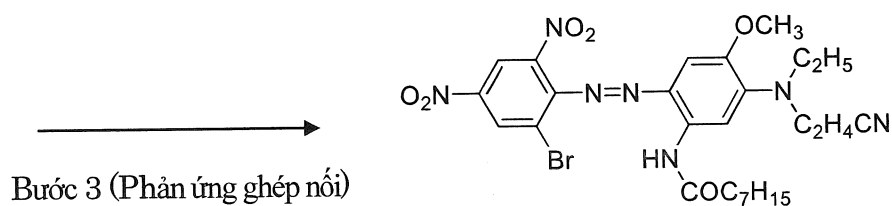
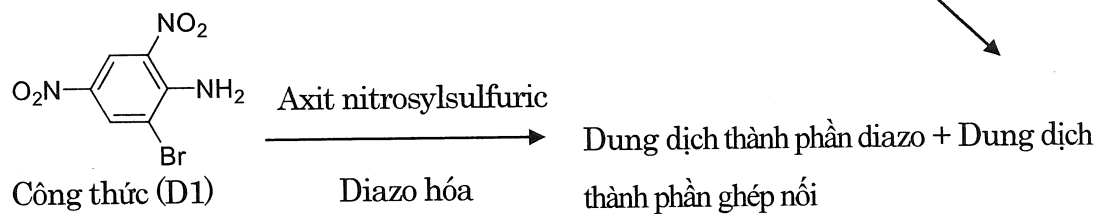
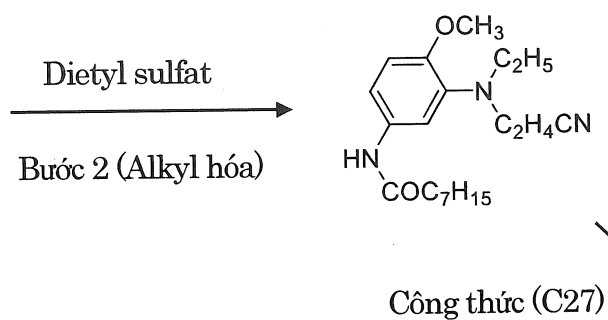
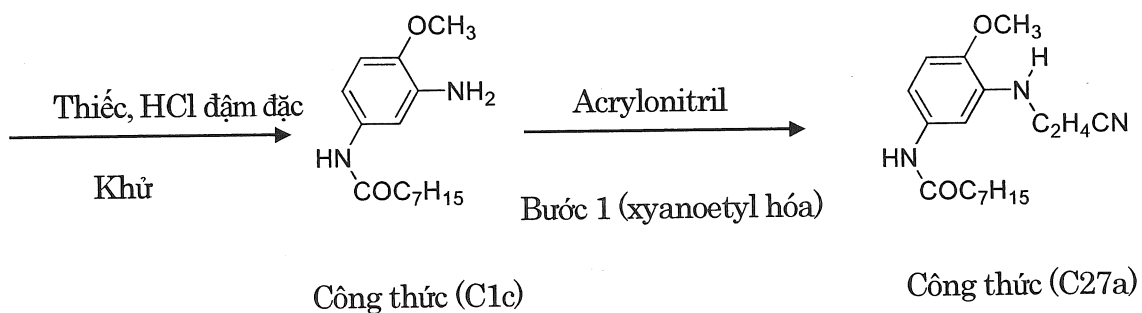
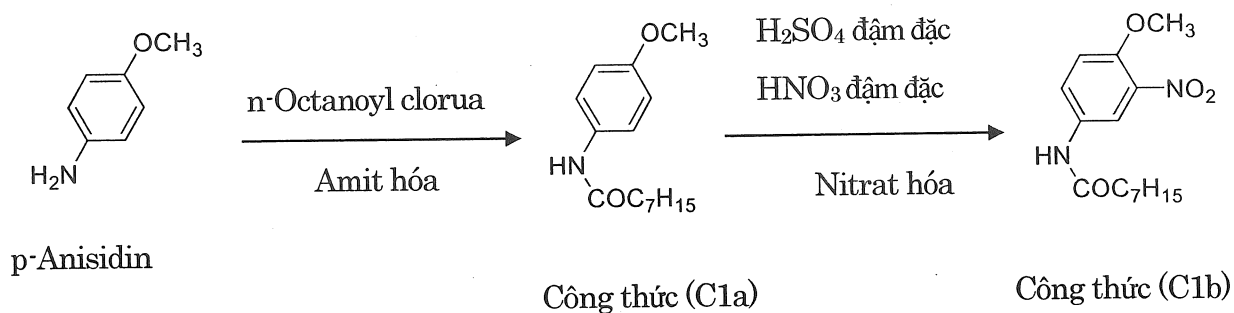
Công thức (B-11)

Ví dụ tổng hợp 56

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-9)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-9) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 185]

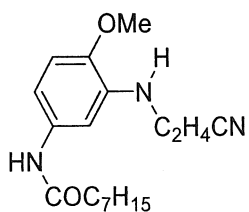


56-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C27 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

Hỗn hợp của N-(3-amino-4-metoxypheyl) octanamit thu được ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 1 (13,2 g), axit axetic (15 g), đồng clorua (0,32 g), và acrylonitril (5,0 g) được làm nóng đến 110°C và được khuấy trong 3 giờ. Hỗn hợp này được làm lạnh đến nhiệt độ phòng, và sau đó toluen (50 g) và dung dịch nước natri cacbonat 10% (75 g) đã được thêm vào đó để chiết xuất một lớp hữu cơ. Phần chiết này được rửa bằng dung dịch muối bão hòa, và sau đó dung môi được chưng cất dưới áp suất giảm. Do đó, thu được N-(3-xyanoethylamino-4-metoxypheyl) octanamit được đại diện bởi Công thức (C27a) bên dưới (9,05 g; hiệu suất: 57,0%) dưới dạng sản phẩm thô.

[Công thức hóa học 186]



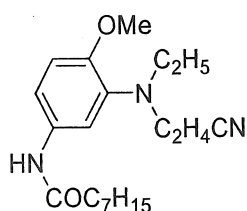
Công thức (C27a)

Bước 2

Hỗn hợp của N-(3-xyanoethylamino-4-metoxypheyl) octanamit thu được ở Bước nêu trên (15,9 g), DMF (15 g), và diethyl sulfat (11,6 g) được làm nóng đến 90°C và sau đó được khuấy ở cùng nhiệt độ trong 2 giờ. Do đó, thu được N-(3-N-etyl-N-xyanoethylamino-4-metoxypheyl) octanamit được đại diện bởi Công thức (C27) bên dưới. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa

hợp chất được đại diện bởi Công thức (C27).

[Công thức hóa học 187]



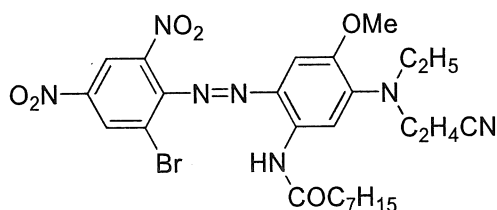
Công thức (C27)

56-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-9) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 3

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-9) bên dưới (9,70 g; hiệu suất: 31,4%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C27) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 618 (M^+)).

[Công thức hóa học 188]



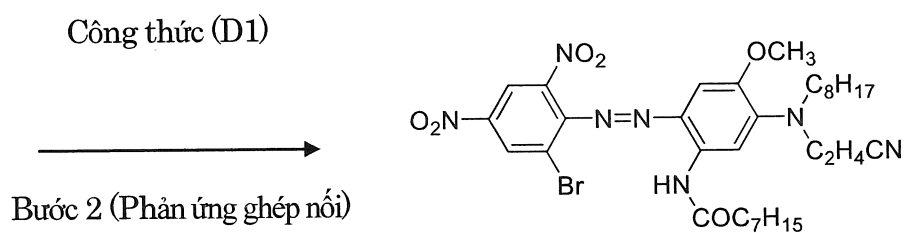
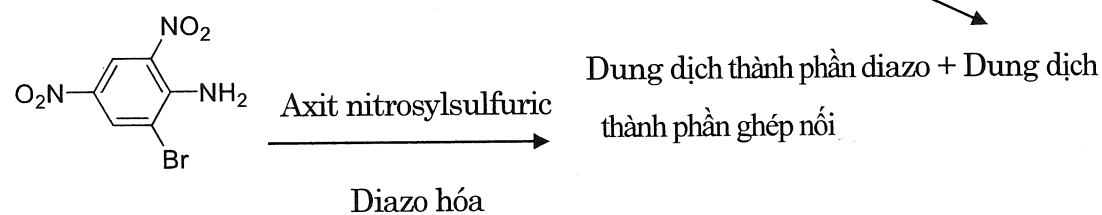
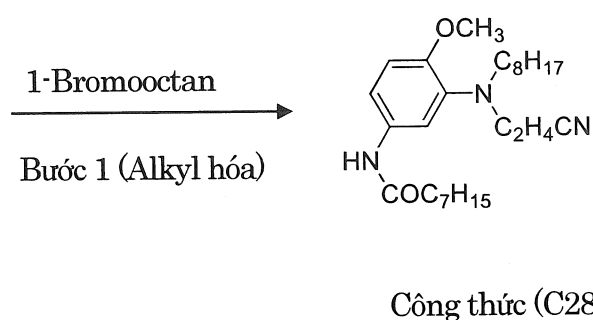
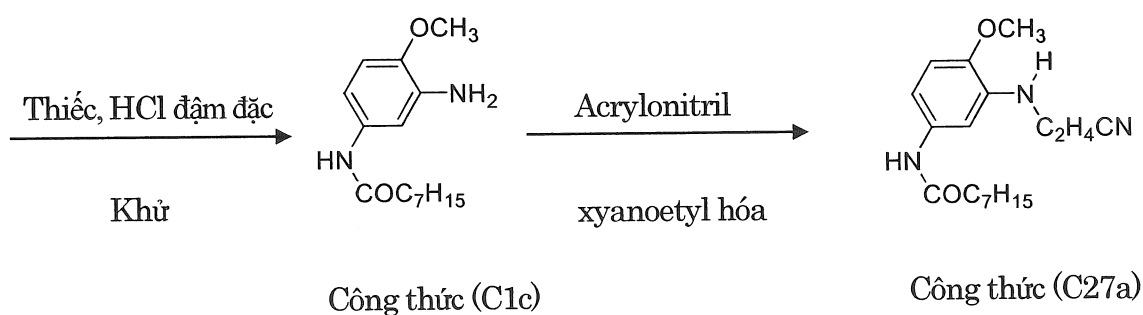
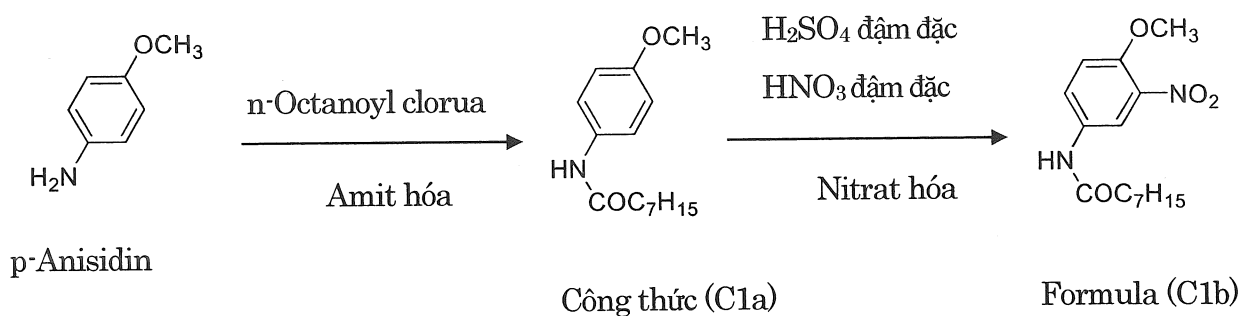
Công thức (A-9)

Ví dụ tổng hợp 57

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-10)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-10) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 189]



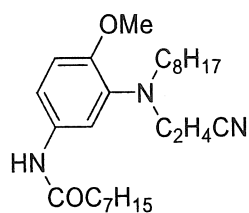
57-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C28 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép

nối

Bước 1

Hỗn hợp của N-(3-xyanoethylamino-4-metoxyphenyl) octanamit thu được ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 56 (15,9 g), DMF (20 g), triethylamin (12,6 g), và 1-bromooctan (29,0 g) được làm nóng đến 120°C và sau đó được khuấy trong 8 giờ. Do đó, thu được N-(3-N-octyl-N-xyanoethylamino-4-metoxyphenyl) octanamit được đại diện bởi Công thức (C28) bên dưới. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa Công thức (C28).

[Công thức hóa học 190]



Công thức (C28)

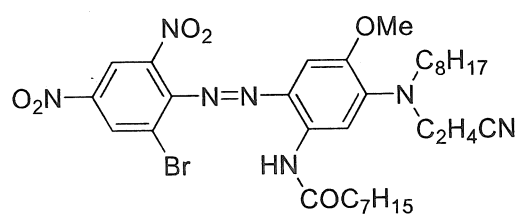
57-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-10) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-10) bên dưới (5,52 g; hiệu suất: 15,7%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C28) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua

các phân tích LCMS (m/z 702 (M^+)).

[Công thức hóa học 191]



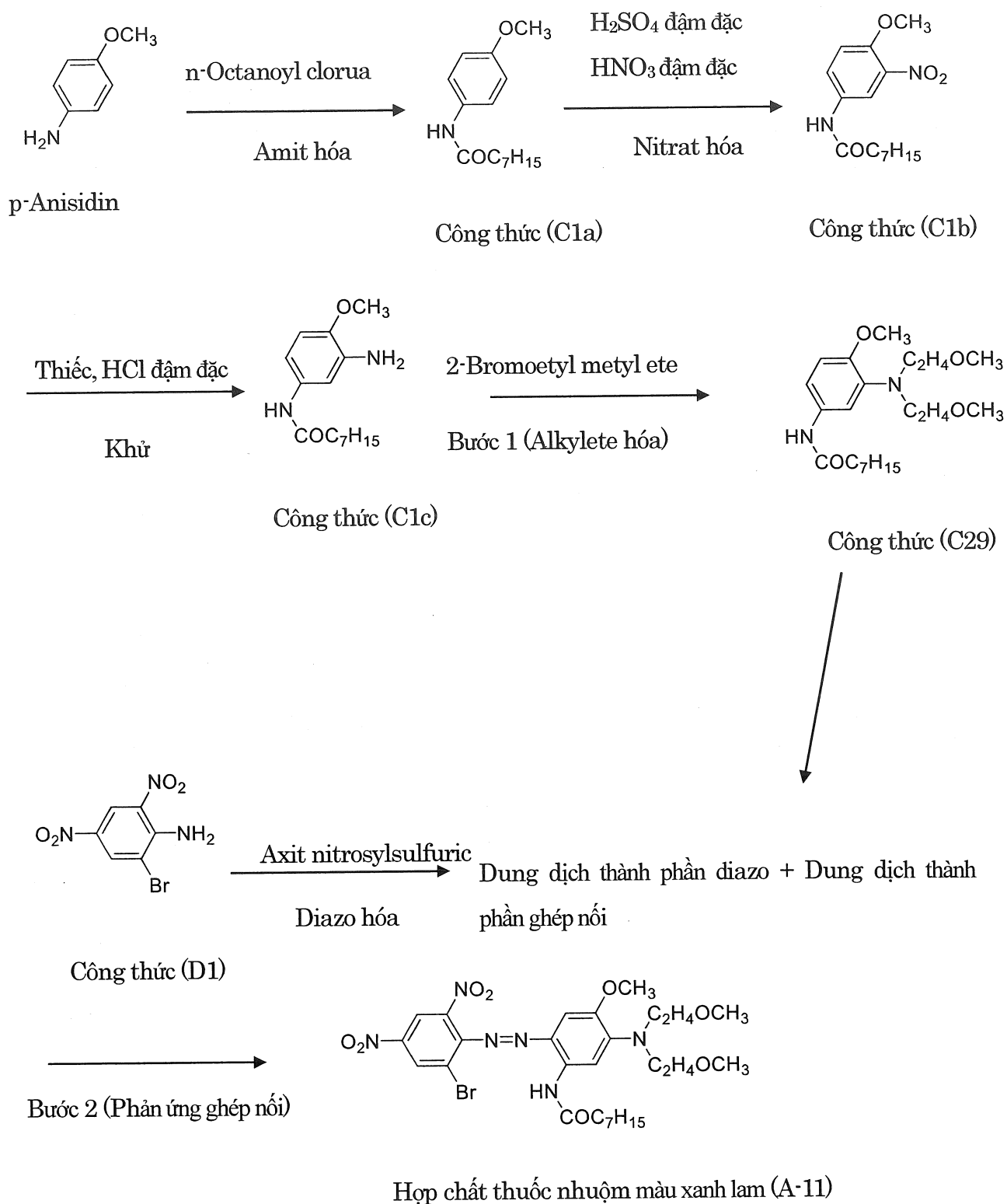
Công thức (A-10)

Ví dụ tổng hợp 58

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-11)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-11) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 192]

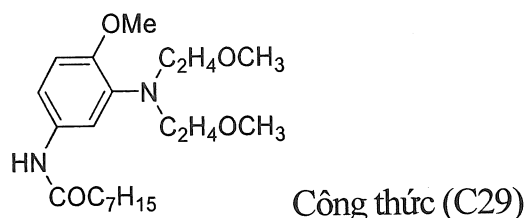


58-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C29 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

Hỗn hợp của N-(3-amino-4-metoxyphenyl) octanamit thu được ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 1 (13,2 g), DMF (15 g), triethylamin (15 g), và 2-bromoethyl methyl ete (27,8 g) được làm nóng đến 110°C và sau đó được khuấy trong 8 giờ. Do đó, thu được N-[3-N,N-(2-dimetoxyetyl)amino-4-metoxyphenyl] octanamit được đại diện bởi Công thức (C29) bên dưới. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa Công thức (C29).

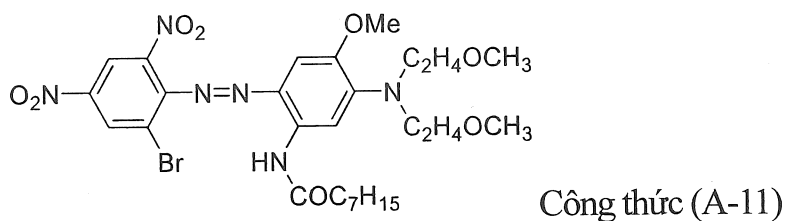
[Công thức hóa học 193]



Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-11) bên dưới (6,58 g; hiệu suất: 20,2%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C29) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 653 (M^+)).

[Công thức hóa học 194]

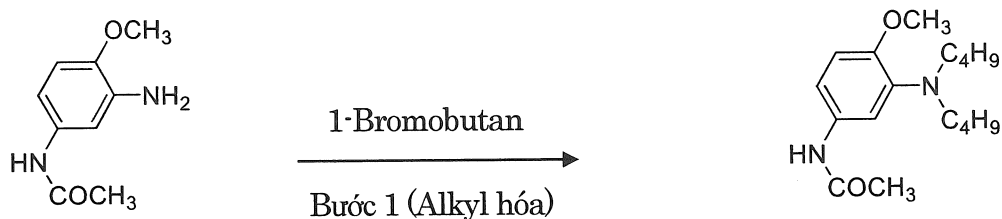


Ví dụ tổng hợp 59

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-12)]

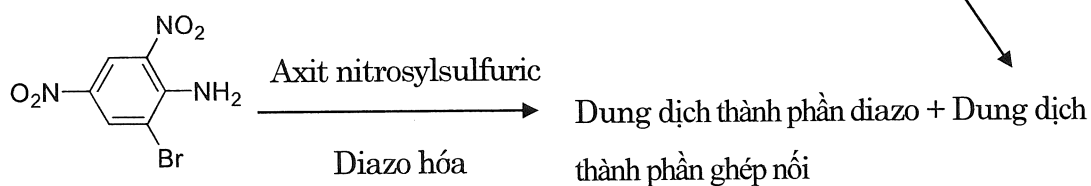
Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-12) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 195]

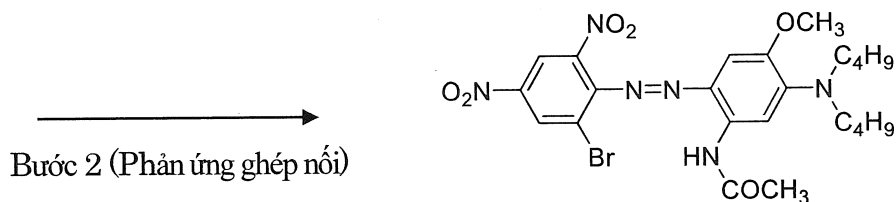


N-(3-amino-4-metoxypheyl) axetamit

Công thức (C30)



Công thức (D1)



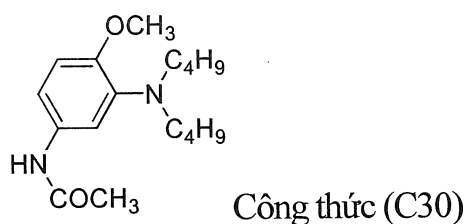
Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-12)

59-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C30 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dihexylamino)-4-metoxypheyl] axetamid được đại diện bởi Công thức (C30) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ N-(3-amino-4-metoxypheyl) axetamid (sản phẩm có sẵn trên thị trường đã được mua) (9,0 g) được sử dụng thay cho N-(3-amino-4-metoxypheyl) octanamit, và 1-bromobutan (27,4 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa Công thức (C30).

[Công thức hóa học 196]



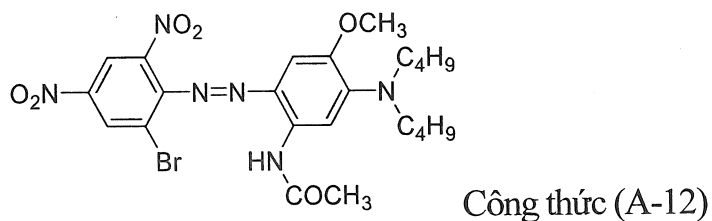
59-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-12) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-12) bên dưới (14,1 g; hiệu suất: 49,9%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C30) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua

các phân tích LCMS (m/z 565 (M^+)).

[Công thức hóa học 197]

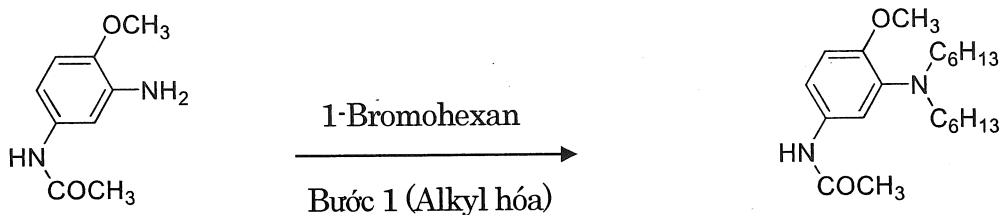


Ví dụ tổng hợp 60

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-13)]

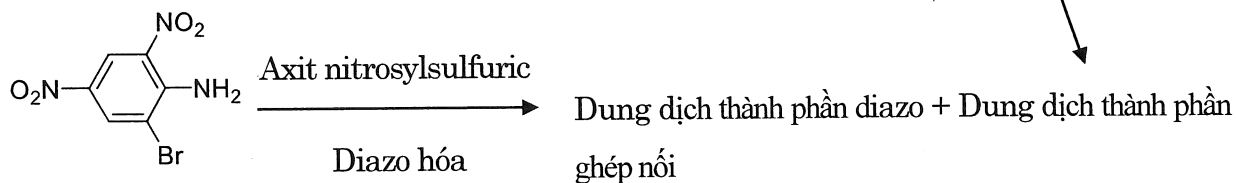
Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-13) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 198]

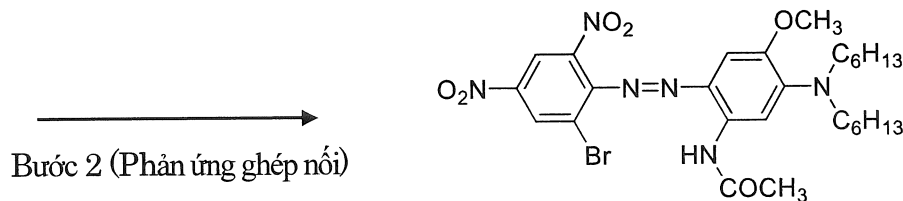


N-(3-amino-4-methoxyphenyl) axetamit

Công thức (C31)



Công thức (D1)



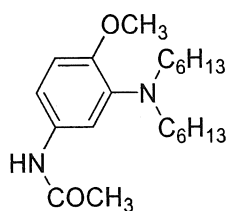
Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-13)

60-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C31 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dihexylamino)-4-metoxyphenyl] axetamit được đại diện bởi Công thức (C31) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ N-(3-amino-4-metoxyphenyl) axetamit (sản phẩm có sẵn trên thị trường đã được mua) (9,0 g) được sử dụng thay cho N-(3-amino-4-metoxyphenyl) octanamit, và 1-bromohexan (33,0 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C31).

[Công thức hóa học 199]



Công thức (C31)

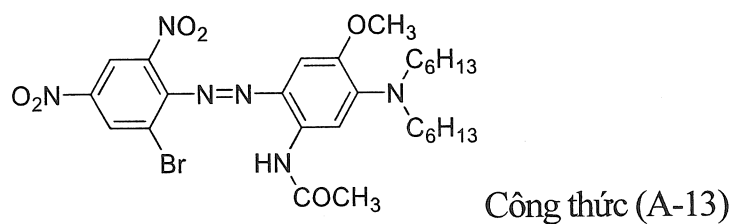
60-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-13) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-13) bên dưới (10,7 g; hiệu suất: 34,5%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của

Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C31) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 621 (M^+)).

[Công thức hóa học 200]

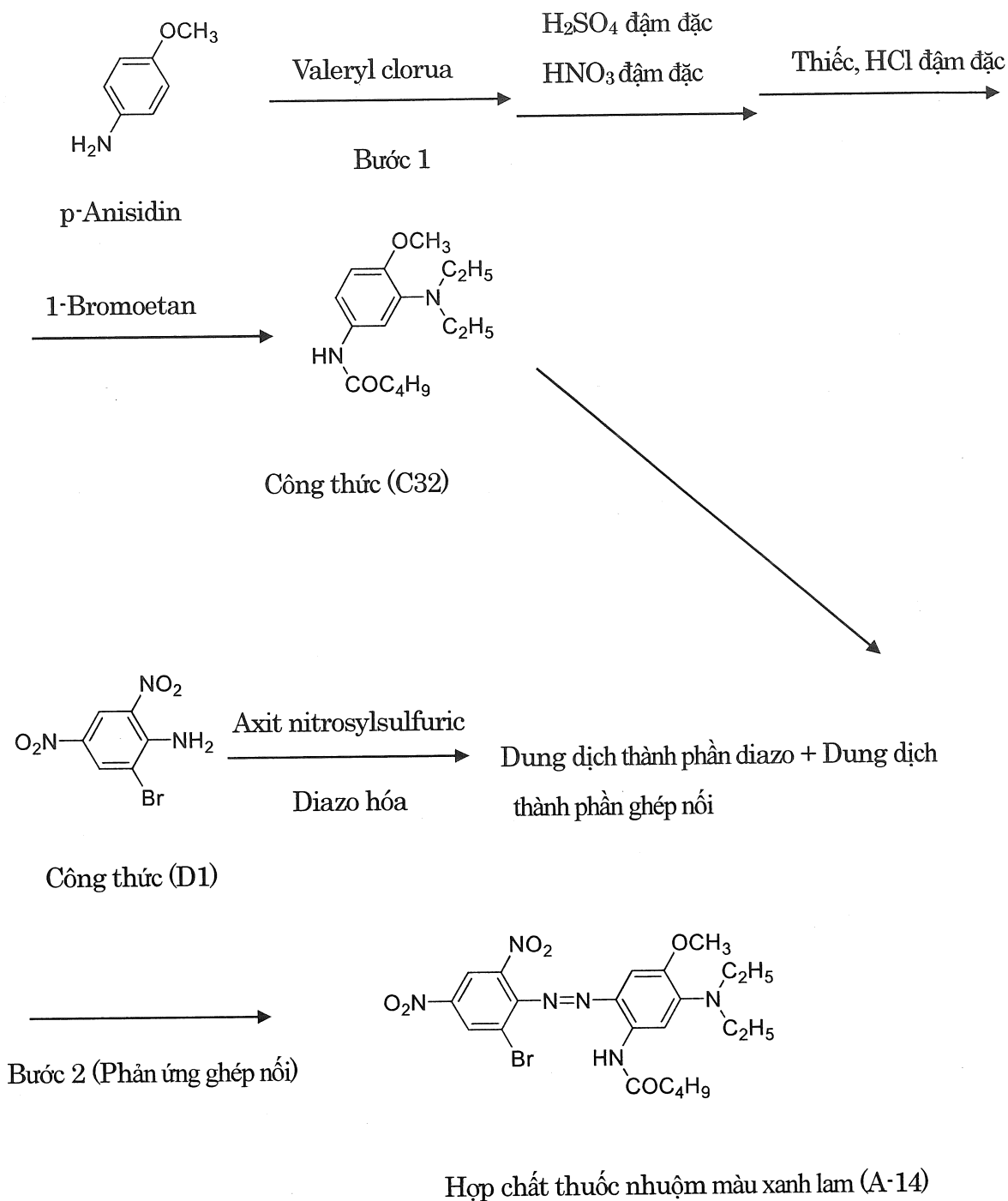


Ví dụ tổng hợp 61

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-14)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-14) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 201]



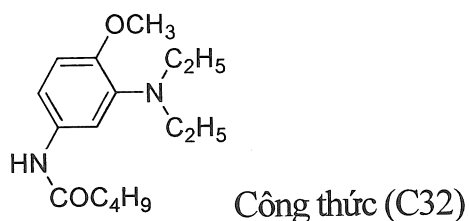
61-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C32 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-diethylamino)-4-methoxyphenyl] pentanamit được đại diện bởi Công

thức (C32) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ valeryl clorua (25,3 g) được sử dụng thay cho n-octanoyl clorua ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 1, và 1-bromoetan (27,3 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C32).

[Công thức hóa học 202]

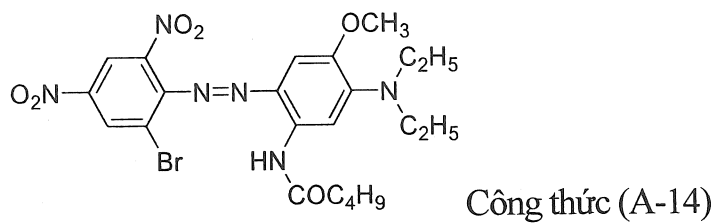


61-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-14) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-14) bên dưới (24,1 g; hiệu suất: 87,5%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C32) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 551 (M^+)).

[Công thức hóa học 203]

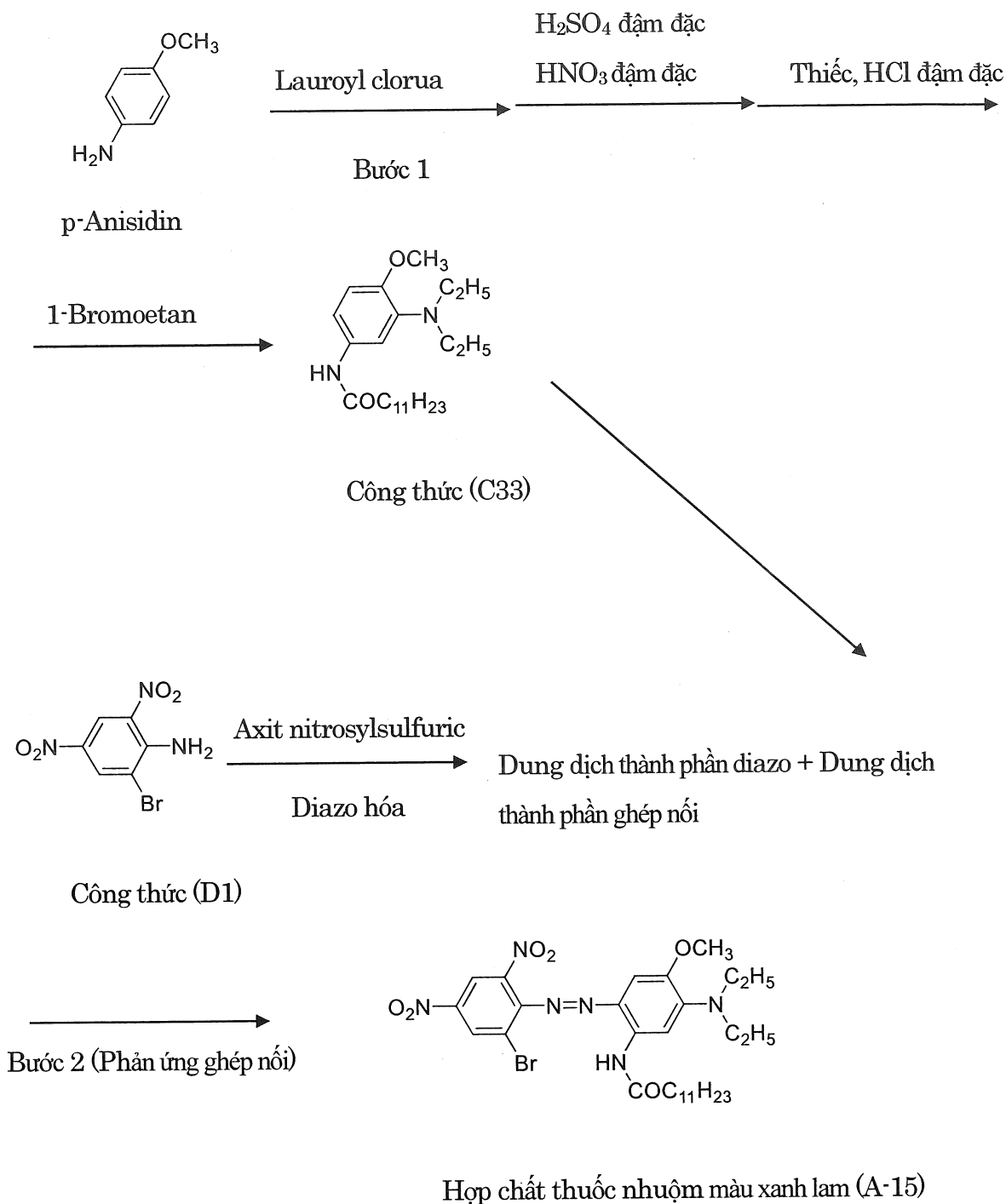


Ví dụ tổng hợp 62

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-15)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-15) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 204]



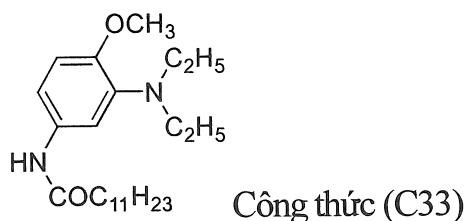
62-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C33 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-diethylamino)-4-metoxyphenyl] dodecanamit được đại diện bởi

Công thức (C33) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ lauroyl clorua (45,9 g) được sử dụng thay cho n-octanoyl clorua ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 1, và 1-bromoetan (27,3 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C33).

[Công thức hóa học 205]

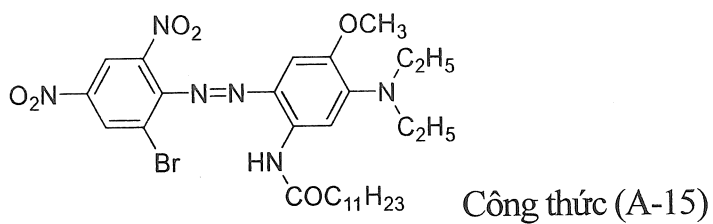


62-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-15) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-15) bên dưới (26,8 g; hiệu suất: 82,6%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ Công thức (C33) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 649 (M^+)).

[Công thức hóa học 206]

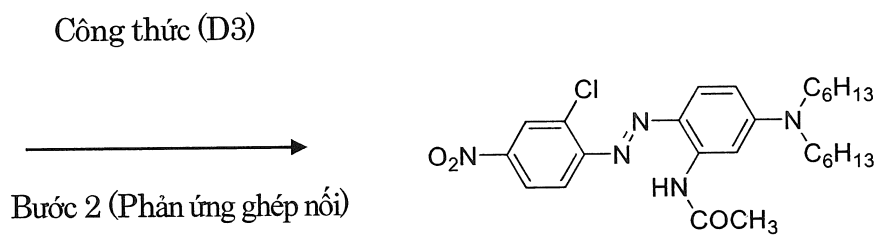
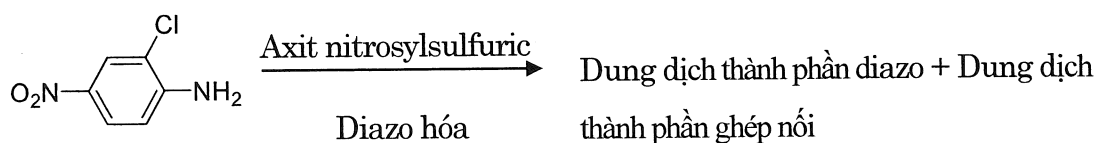
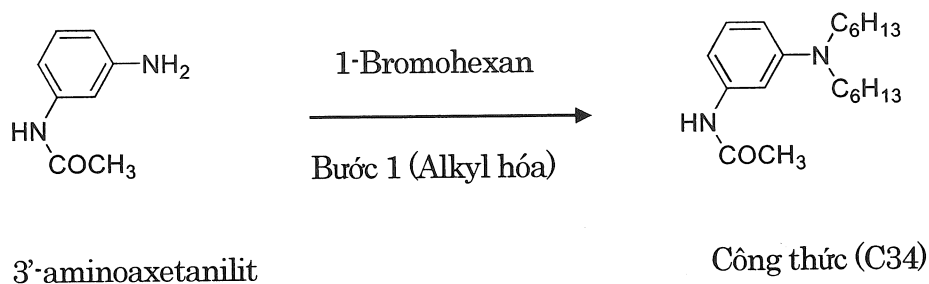


Ví dụ tổng hợp 63

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-18)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-18) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 207]

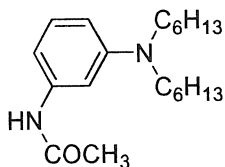


63-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C34 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dihexylamino)phenyl]acetamid được đại diện bởi Công thức (C34) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ 1-bromohexan (33,0 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan và 3'-aminoacetanilid (7,50 g) được sử dụng thay cho N-(3-aminophenyl) octanamit ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 9. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C34).

[Công thức hóa học 208]



Công thức (C34)

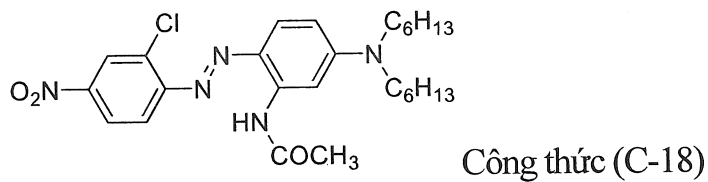
63-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-18) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ được đại diện bởi Công thức (C-18) bên dưới (20,1 g; hiệu suất: 80,1%) thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 17, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C34) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của

hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 502 (M^+)).

[Công thức hóa học 209]

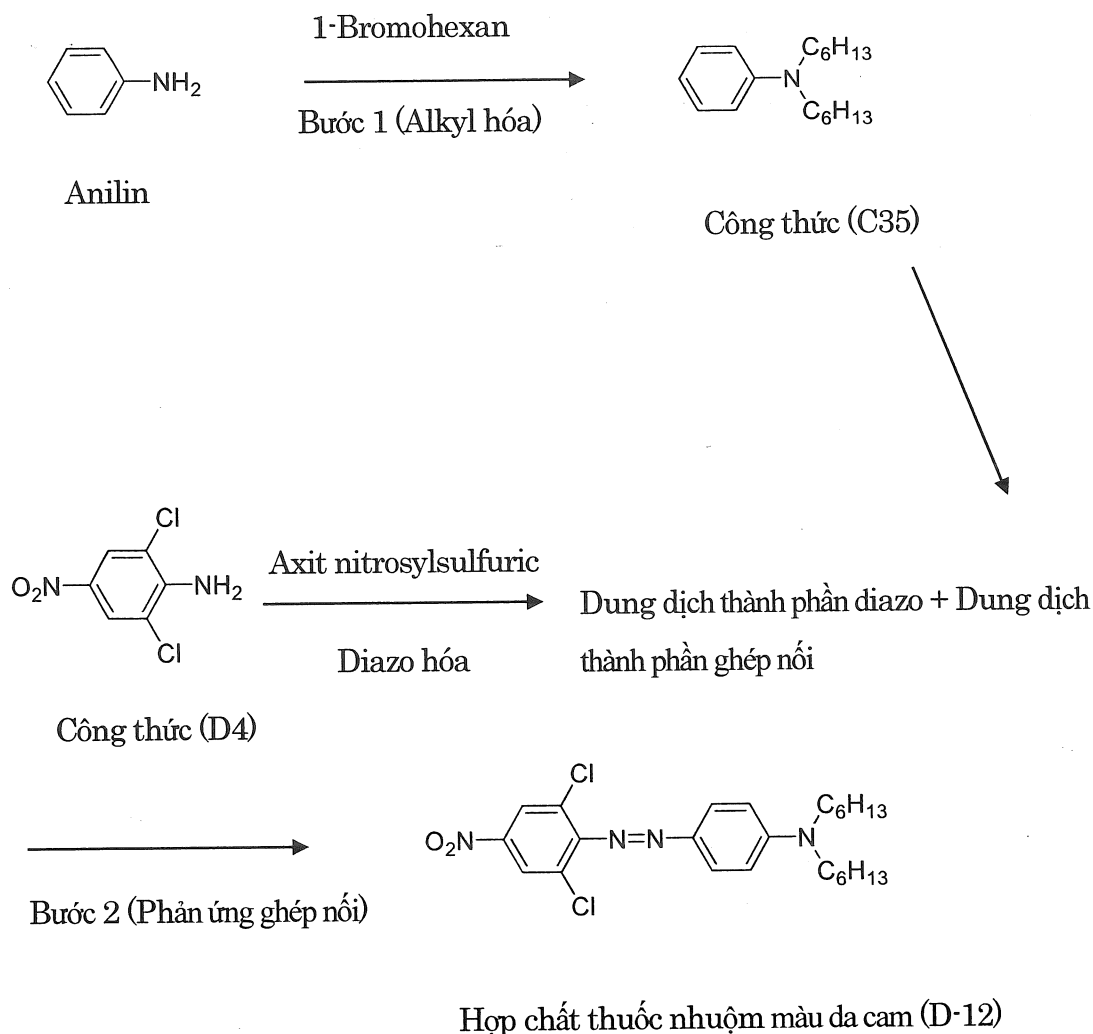


Ví dụ tổng hợp 64

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-12)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-12) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 210]



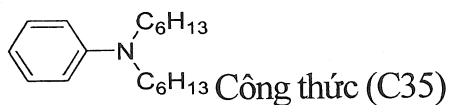
64-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C35 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N,N-dihexylanilin được đại diện bởi Công thức (C35) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ anilin (4,66 g) được sử dụng thay cho N-(3-amino-4-metoxypheyl) octanamit, và 1-bromohexan (33,0 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành

phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C35).

[Công thức hóa học 211]

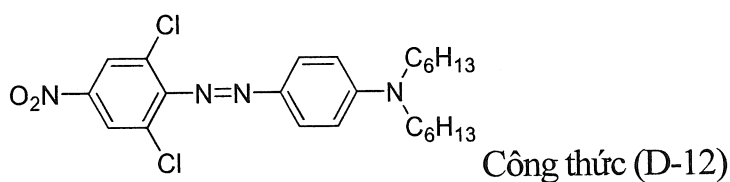


64-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-12) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam được đại diện bởi Công thức (D-12) bên dưới (13,5 g; hiệu suất: 56,4%) thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 24, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C35) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu da cam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 479 (M^+)).

[Công thức hóa học 212]

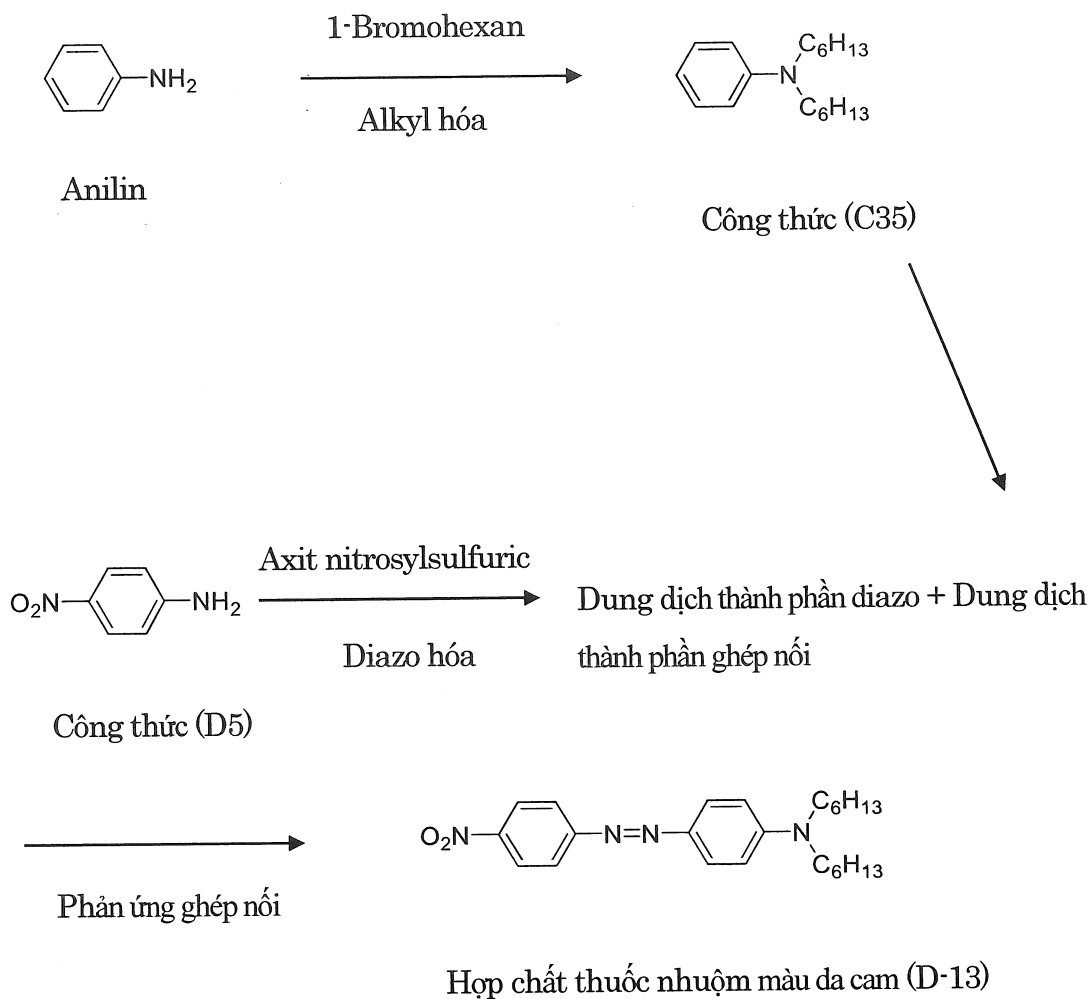


Ví dụ tổng hợp 65

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-13)]

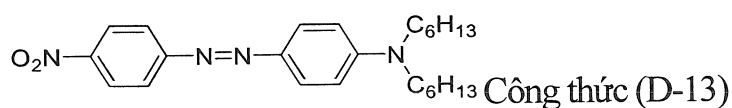
Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam (D-13) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 213]



Hợp chất thuốc nhuộm màu da cam được đại diện bởi Công thức (D-13) bên dưới (16,4 g; hiệu suất: 79,8%) thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ tổng hợp 30, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C35) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu da cam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 411 (M^+)).

[Công thức hóa học 214]

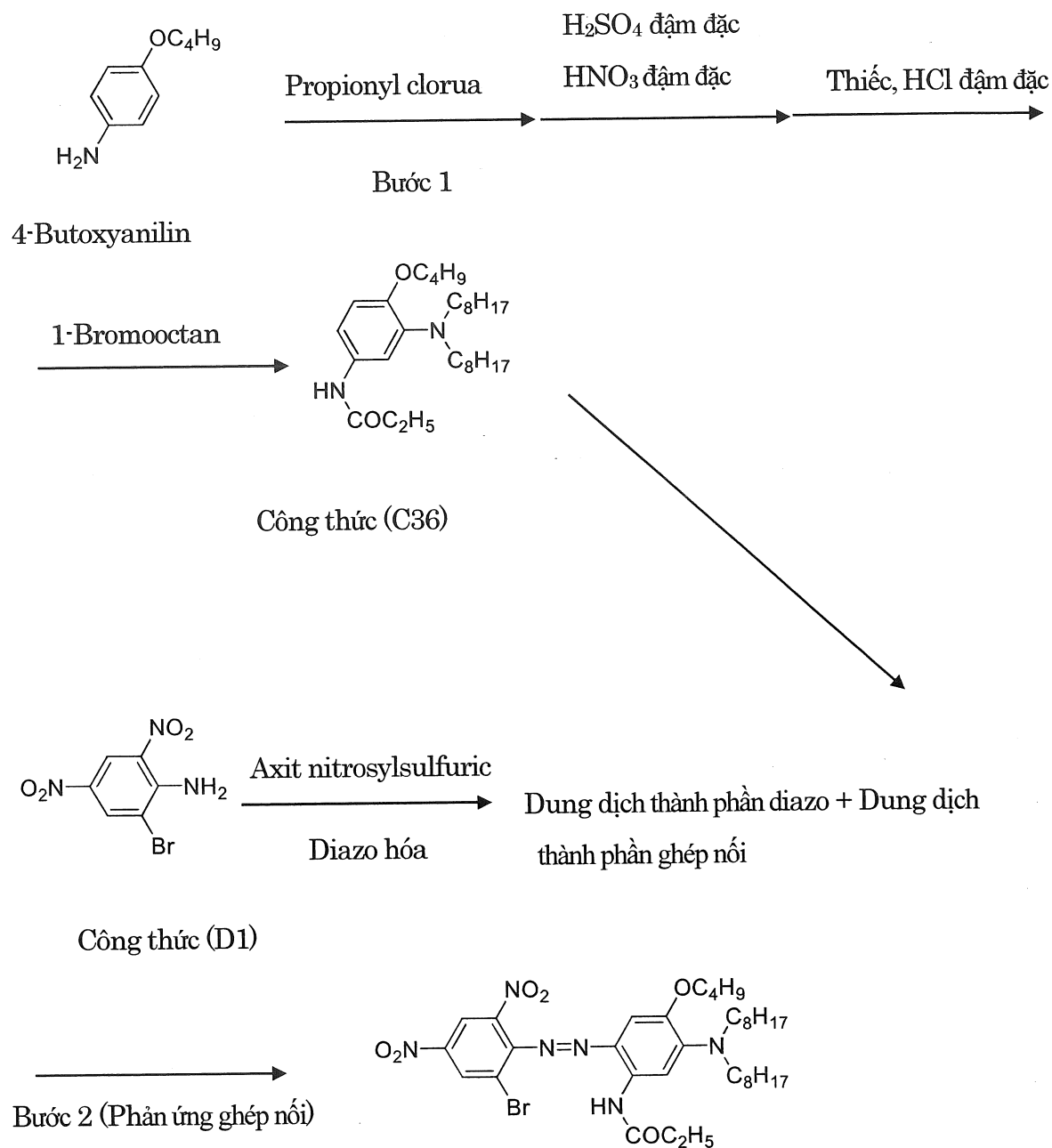


Ví dụ tổng hợp 66

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-16)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-16) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 215]

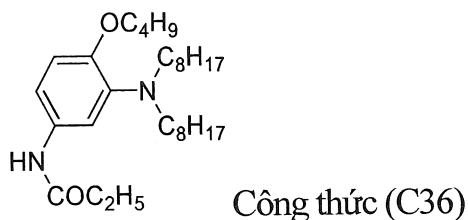


66-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C36 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dioctylamino)-4-butoxyphenyl] propanamit được đại diện bởi Công thức (C36) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ 4-butoxyanilin (33,0 g) được sử dụng thay cho p-anisidin và propionyl clorua (19,4 g) được sử dụng thay cho n-octanoyl clorua ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 1. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C36).

[Công thức hóa học 216]



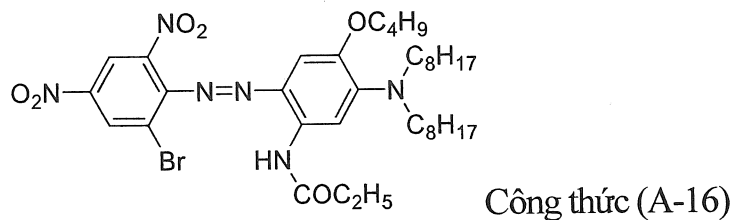
66-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-16) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-16) bên dưới (6,45 g; hiệu suất: 17,6%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C36) thu được ở Bước 1 được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại

diện bởi Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 733 (M^+)).

[Công thức hóa học 217]

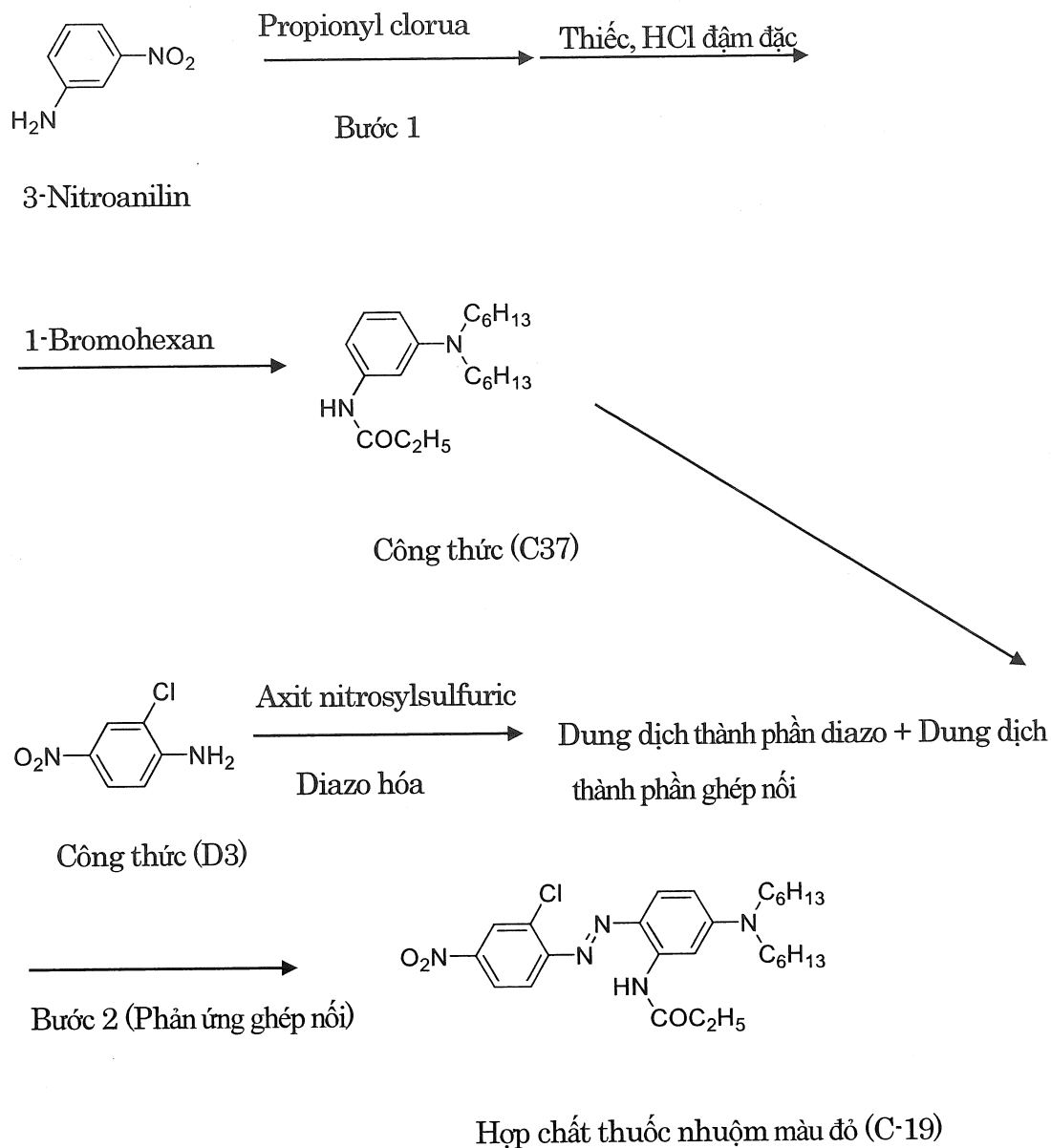


Ví dụ tổng hợp 67

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-19)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-19) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 218]



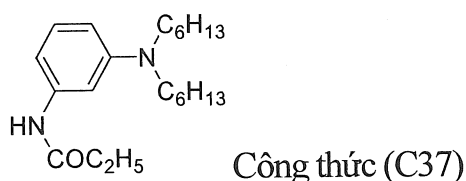
67-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C37 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-diethylamino)phenyl] propanamit được đại diện bởi Công thức (C37) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 3 của Ví dụ tổng hợp 9, ngoại trừ propionyl clorua (19,4 g) được sử dụng thay cho n-octanoyl clorua ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 9, và 1-bromohexan (33,0 g) được sử dụng thay cho

1-bromooctan ở Bước 3 của Ví dụ tổng hợp 9. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C37).

[Công thức hóa học 219]

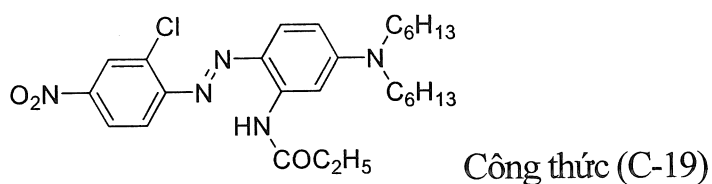


67-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-19) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ được đại diện bởi Công thức (C-19) bên dưới (17,6 g; hiệu suất: 68,2%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 1 và 2 của Ví dụ tổng hợp 17, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C37) thu được ở Bước 1 được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C9). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 516 (M^+)).

[Công thức hóa học 220]

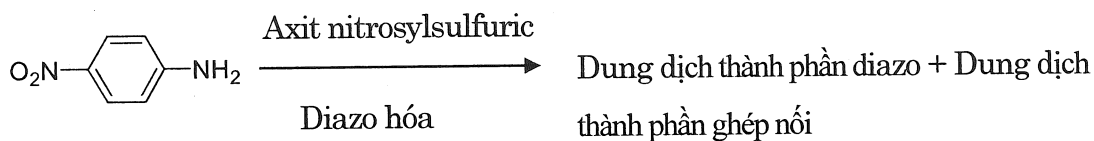
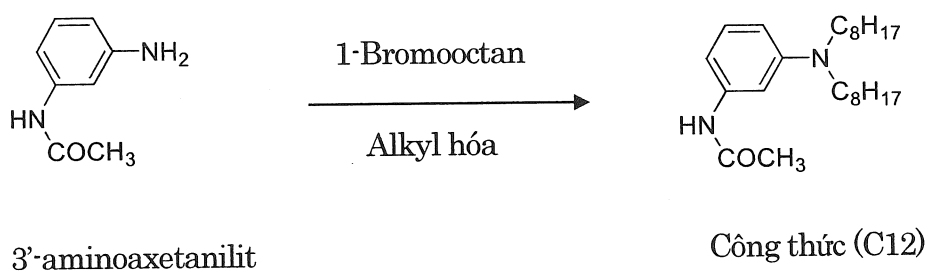


Ví dụ tổng hợp 68

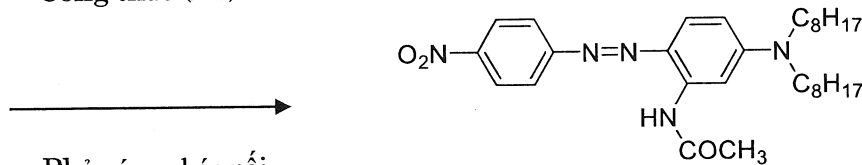
[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-20)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-20) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 221]



Công thức (D5)

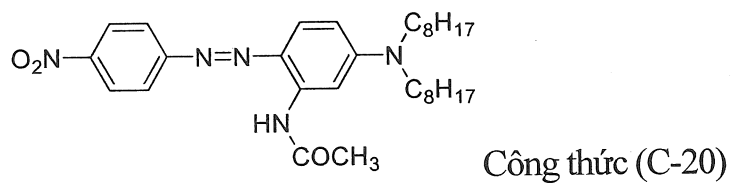


Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ (C-20)

Hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ được đại diện bởi Công thức (C-20) bên dưới (23,0 g; hiệu suất: 87,7%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 1 và 2 Ví dụ tổng hợp 30, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C12) được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C18). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ đã được xác nhận thông qua các phân tích

LCMS (m/z 524 (M^+)).

[Công thức hóa học 222]

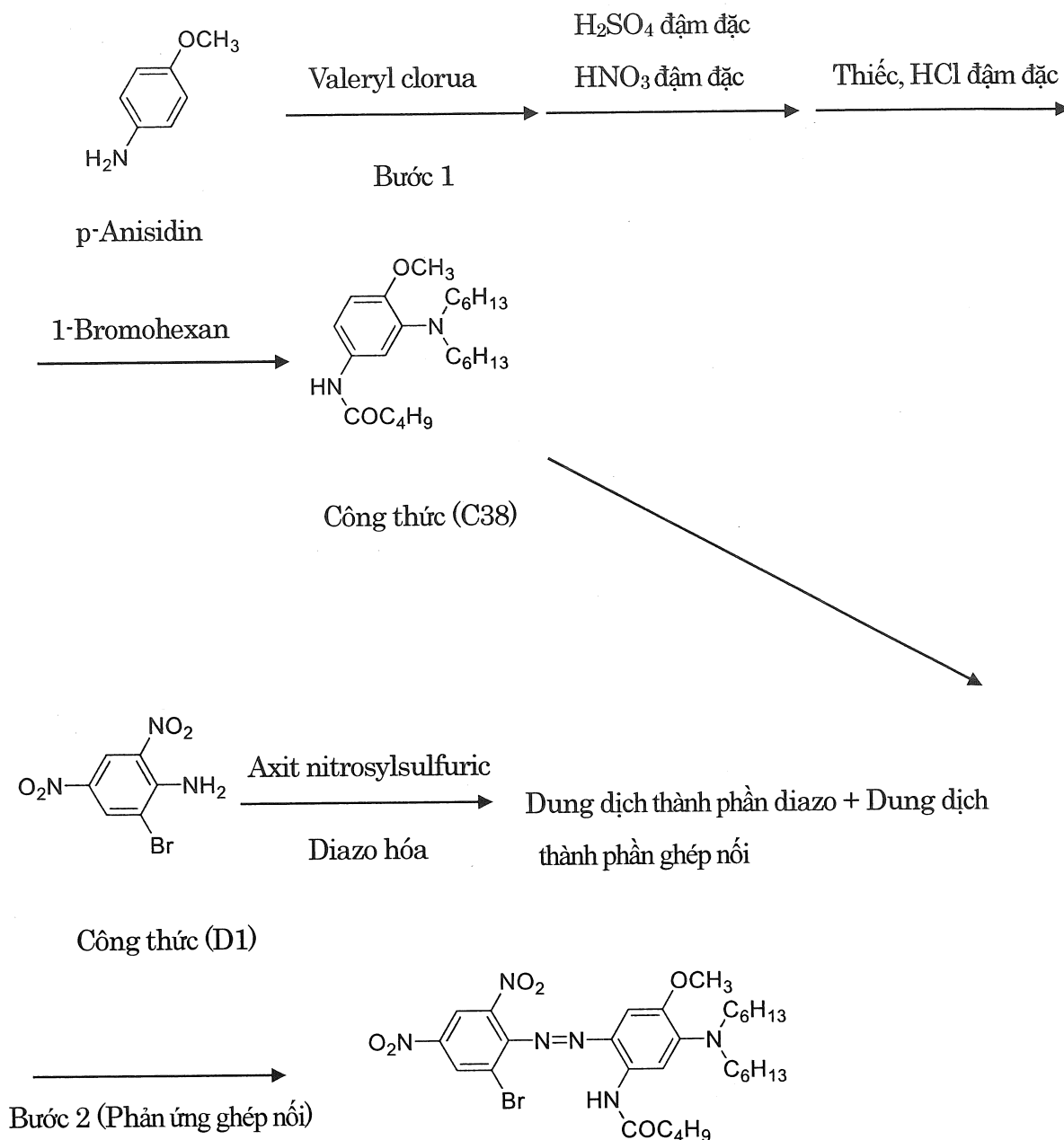


Ví dụ tổng hợp 69

[Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-17)]

Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-17) được sản xuất theo sơ đồ sau.

[Công thức hóa học 223]



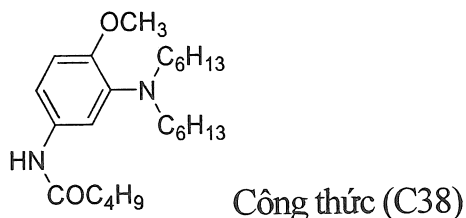
69-A. Tổng hợp hợp chất ghép nối C38 và chuẩn bị dung dịch thành phần ghép nối

Bước 1

N-[3-(N,N-dihexylamino)-4-methoxyphenyl] pentanamit được đại diện bởi

Công thức (C38) bên dưới thu được theo cách tương tự như ở các Bước từ 1 đến 4 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ valeryl clorua (25,3 g) được sử dụng thay cho n-octanoyl clorua ở Bước 1 của Ví dụ tổng hợp 1, và 1-bromohexan (33,0 g) được sử dụng thay cho 1-bromooctan ở Bước 4 của Ví dụ tổng hợp 1. Metanol (30 g) được thêm vào hỗn hợp phản ứng này, và hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 5°C. Do đó, thu được dung dịch thành phần ghép nối chứa hợp chất được đại diện bởi Công thức (C38).

[Công thức hóa học 224]

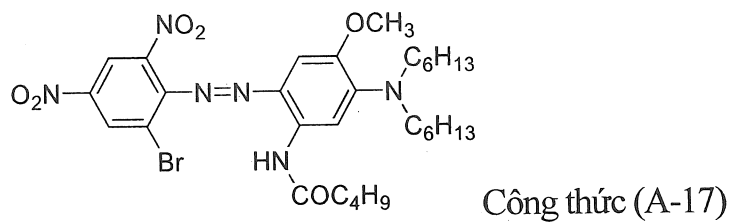


69-B. Tổng hợp hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam (A-17) thông qua phản ứng ghép nối

Bước 2

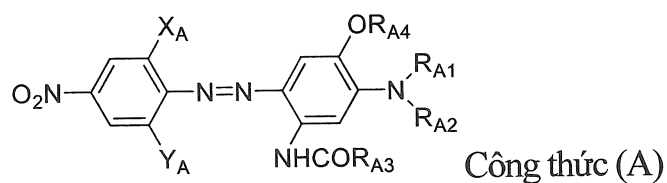
Hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam được đại diện bởi Công thức (A-17) bên dưới (15,3 g; hiệu suất: 48,4%) thu được theo cách tương tự như ở các Bước 5 và 6 của Ví dụ tổng hợp 1, ngoại trừ hợp chất được đại diện bởi Công thức (C38) thu được ở Bước 1 được sử dụng làm dung dịch thành phần ghép nối thay cho hợp chất được đại diện bởi Công thức (C1). Cấu trúc của hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam đã được xác nhận thông qua các phân tích LCMS (m/z 663 (M^+)).

[Công thức hóa học 225]



Các Bảng 3 đến 9 thể hiện công thức cấu trúc của các hợp chất thuốc nhuộm được mô tả trong ví dụ tổng hợp và các hợp chất thuốc nhuộm thông thường.

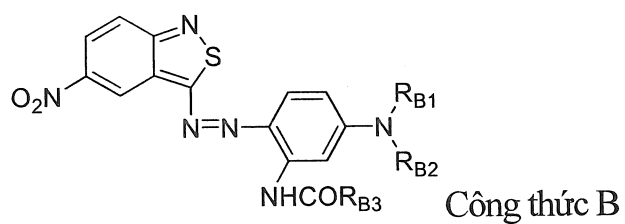
Bảng 3



Ví dụ tổng hợp	Hợp chất	X_A	Y_A	R_{A1}	R_{A2}	R_{A3}	R_{A4}
1	A-1	NO_2	Br	C_8H_{17}	C_8H_{17}	C_7H_{15}	CH_3
2	A-2	NO_2	Br	C_8H_{17}	C_8H_{17}	C_4H_9	CH_3
3	A-3	NO_2	Br	C_8H_{17}	C_8H_{17}	C_2H_5	CH_3
4	A-4	NO_2	Br	C_8H_{17}	C_8H_{17}	$-\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}_4\text{H}_9$	CH_3
5	A-5	NO_2	Br	C_8H_{17}	C_8H_{17}	CH_3	CH_3
6	A-6	NO_2	Br	$\text{C}_{12}\text{H}_{25}$	$\text{C}_{12}\text{H}_{25}$	CH_3	CH_3
7	A-7	NO_2	Br	C_2H_5	C_2H_5	C_7H_{15}	CH_3
8	A-8	NO_2	Br	C_8H_{17}	C_8H_{17}	C_7H_{15}	C_2H_5
56	A-9	NO_2	Br	C_2H_5	$\text{C}_2\text{H}_4\text{CN}$	C_7H_{15}	CH_3
57	A-10	NO_2	Br	C_8H_{17}	$\text{C}_2\text{H}_4\text{CN}$	C_7H_{15}	CH_3
58	A-11	NO_2	Br	$\text{C}_2\text{H}_4\text{OCH}_3$	$\text{C}_2\text{H}_4\text{OCH}_3$	C_7H_{15}	CH_3
59	A-12	NO_2	Br	C_4H_9	C_4H_9	CH_3	CH_3
60	A-13	NO_2	Br	C_6H_{13}	C_6H_{13}	CH_3	CH_3

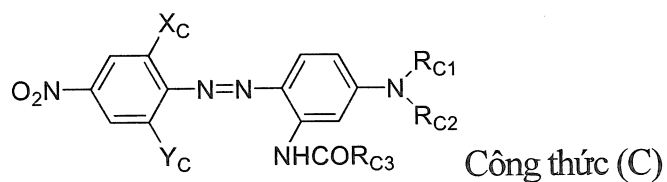
61	A-14	NO ₂	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉	CH ₃
62	A-15	NO ₂	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₁₁ H ₂₃	CH ₃
66	A-16	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉
69	A-17	NO ₂	Br	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	C ₄ H ₉	CH ₃

Bảng 4



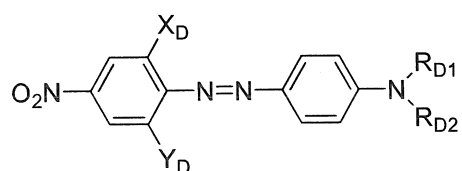
Ví dụ tổng hợp	Hợp chất	R _{B1}	R _{B2}	R _{B3}
9	B-1	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
10	B-2	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉
11	B-3	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
12	B-4	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
13	B-5	C ₁₂ H ₂₅	C ₁₂ H ₂₅	CH ₃
14	B-6	C ₁₂ H ₂₅	C ₁₂ H ₂₅	C ₂ H ₅
15	B-7	CH ₂ -CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	CH ₂ -CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	CH ₃
16	B-8	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅
47	B-9	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	C ₇ H ₁₅
48	B-10	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	-CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉
55	B-11	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃

Bảng 5



Ví dụ tổng hợp	Hợp chất	X _C	Y _C	R _{C1}	R _{C2}	R _{C3}
17	C-1	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
18	C-2	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉
19	C-3	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
20	C-4	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
21	C-5	Cl	H	C ₁₂ H ₂₅	C ₁₂ H ₂₅	CH ₃
22	C-6	Cl	H	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	CH ₃
23	C-7	Cl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅
53	C-17	Cl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃
63	C-18	Cl	H	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	CH ₃
67	C-19	Cl	H	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	C ₂ H ₅
36	C-8	Br	NO ₂	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅
37	C-9	Br	NO ₂	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
38	C-10	NO ₂	CN	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
39	C-11	Br	CN	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
40	C-12	Br	CN	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	C ₇ H ₁₅
41	C-13	Br	CN	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
42	C-14	Br	CN	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅
43	C-15	CN	CN	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
44	C-16	CN	CN	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅
68	C-20	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃

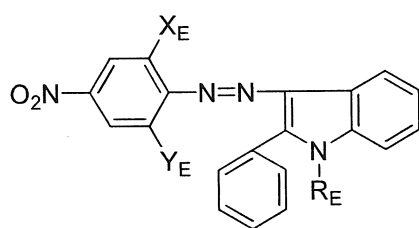
Bảng 6



Công thức (D)

Ví dụ tổng hợp	Hợp chất	X _D	Y _D	R _{D1}	R _{D2}
24	D-1	Cl	Cl	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
25	D-2	Cl	Cl	C ₁₂ H ₂₅	C ₁₂ H ₂₅
26	D-3	Cl	Cl	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉
30	D-4	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
31	D-5	Br	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
32	D-6	Br	Br	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉
35	D-7	H	CN	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
49	D-8	Cl	Cl	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
50	D-9	Br	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
51	D-10	H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
52	D-11	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ CN
64	D-12	Cl	Cl	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃
65	D-13	H	H	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃

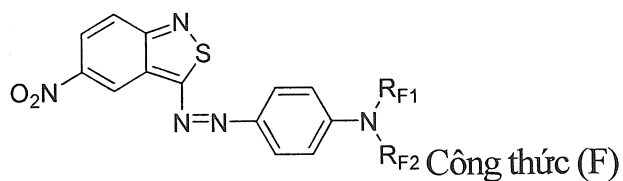
Bảng 7



Công thức (E)

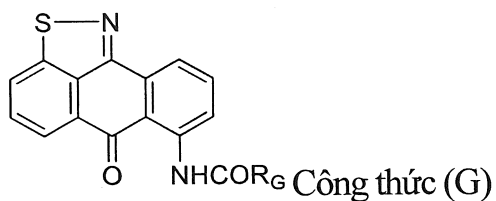
Ví dụ tổng hợp	Hợp chất	X _E	Y _E	R _E
33	E-1	Cl	Cl	C ₈ H ₁₇
34	E-2	Cl	Cl	C ₄ H ₉

Bảng 8



Ví dụ tổng hợp	Hợp chất	R_{F1}	R_{F2}
29	F-1	C_8H_{17}	C_8H_{17}
54	F-2	C_2H_5	C_2H_5

Bảng 9



Ví dụ tổng hợp	Hợp chất	R_{G}
27	G-1	$-\text{CH}(\text{C}_6\text{H}_{13})\text{C}_8\text{H}_{17}$
28	G-2	C_7H_{15}
45	G-3	$-\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}_4\text{H}_9$
46	G-4	C_8H_{17}

Các ví dụ về nhuộm

Vải polypropylen hoặc vải polyetylen đã được nhuộm bằng kỹ thuật nhuộm carbon đioxit siêu tới hạn chỉ sử dụng một trong các hợp chất thuốc nhuộm được liệt kê

ở các Bảng 3 đến 9 và các hợp chất thuốc nhuộm phân tán và các hợp chất tương tự được liệt kê ở các Bảng 3 đến 9 thường được sử dụng để nhuộm sợi polyeste và tương tự.

Các ví dụ về nhuộm polypropylen

Ví dụ về nhuộm P1

FIG. 1 thể hiện thiết bị nhuộm cacbon đioxit siêu tới hạn được sử dụng để nhuộm.

Các thiết bị nhuộm bao gồm xi lanh CO₂ lỏng (1), bộ lọc (2), vỏ bọc làm mát (3), bộ làm mát (4), bơm cao áp (5), bộ làm nóng sơ bộ (6), đồng hồ đo áp suất (7 đến 9), thiết bị truyền động từ tính (10), động cơ DC (11), van an toàn (12, 13), van chặn (14 đến 18), van kim (19), và bộ gia nhiệt (20).

Vải polypropylen được cắt thành các mảnh có khối lượng khoảng 50 đến 70 g, và các mảnh cắt được cân. Vải bông, vải polypropylen, và vải bông được quấn quanh xi lanh không gỉ (21) có các lỗ đục theo thứ tự đã nêu từ bên trong, và được cố định lỏng bằng sợi bông. Vải bông bên trong được dùng làm vải lót, và vải bông bên ngoài được dùng làm vải che.

Xi lanh không gỉ xung quanh mẫu vải được mô tả trên đây (được cấu thành bởi vải sợi bông, vải polypropylen, và vải sợi bông) được quấn cố định vào thùng không gỉ chịu áp lực (22), và miếng giấy lau trong đó hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam A-5 thu được trong Ví dụ tổng hợp 5 với số lượng tương đương với 0,3 % khối lượng so với khối lượng của vải polypropylen đã được quấn được đặt trên đường dẫn chất lỏng nằm ở phần trên của xi lanh không gỉ. Thùng không gỉ chịu áp lực có dung tích 2230 cm³.

Tất cả các van trong các thiết bị nhuộm đều được đóng lại, và việc gia nhiệt được thực hiện bằng thiết bị gia nhiệt sơ bộ cho đến khi nhiệt độ lên tới 120°C.

Sau khi đạt được nhiệt độ nhuộm, van chặn (14) và (16) được mở, và 1,13 kg cacbon đioxit lỏng được đưa vào thùng không gỉ chịu áp lực bằng cách sử dụng bơm cao áp đi kèm với vỏ bọc làm mát. Sau đó, van chặn (14) và (16) đều được đóng lại, và một cánh quạt nằm ở phần dưới của thùng không gỉ chịu áp lực và bộ truyền động từ được sử dụng để lưu thông cacbon đioxit lỏng. Tốc độ quay của bộ truyền động từ là 750 rpm (vòng/phút), và hướng lưu thông là từ phía trong của xi lanh ra phía ngoài của nó.

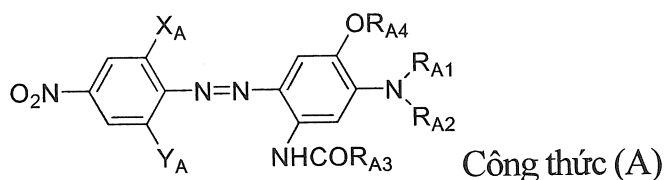
Sau khi đạt được nhiệt độ được xác định trước và áp suất được xác định trước (120°C, 25 MPa) bên trong thùng không gỉ chịu áp lực, các điều kiện nhiệt độ và áp suất này được giữ trong 60 phút, và do đó vải polyetylen được nhuộm. Sau khi nhuộm xong, van chặn (18) được mở, và sau đó van kim dần dần được mở để giải phóng cacbon đioxit bên trong thùng không gỉ chịu áp lực và giảm áp suất bên trong thùng không gỉ chịu áp lực từ 25 MPa xuống áp suất không khí. Quá trình tuần hoàn được tiếp tục cho đến khi đạt tới áp suất tới hạn của cacbon đioxit khoảng 8 MPa). Sau đó, vải nhuộm polyetylen được di chuyển khỏi thùng không gỉ chịu áp lực.

Các ví dụ về nhuộm P2 đến P82 và các ví dụ về nhuộm P98 đến P101

Vải nhuộm polypropylen thu được theo quy trình nhuộm tương tự như được mô tả trong Ví dụ về nhuộm P1, ngoại trừ hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam A-5 được mô tả trong Ví dụ về nhuộm 1 đã được thay đổi thành các hợp chất thuốc nhuộm được liệt kê ở các Bảng 3 đến 9 hoặc các hợp chất thuốc nhuộm phân tán và các hợp

chất tương tự được liệt kê ở các Bảng 3 đến 9 thường được sử dụng để nhuộm sợi polyester và tương tự. Các Bảng 10 đến 16 thể hiện các hợp chất thuốc nhuộm được sử dụng trong các ví dụ về nhuộm P1 đến P82 và các ví dụ về nhuộm P98 đến P101.

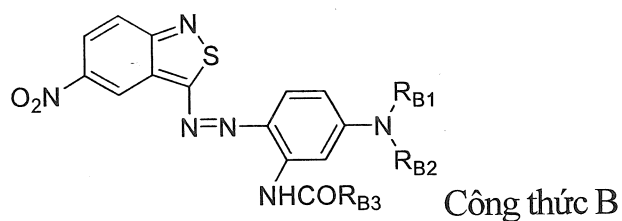
Bảng 10



Các ví dụ về nhuộm	Hợp chất	X _A	Y _A	R _{A1}	R _{A2}	R _{A3}	R _{A4}
P6	A-1	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅	CH ₃
P76	A-2	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉	CH ₃
P3	A-3	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	CH ₃
P4	A-4	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	-CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	CH ₃
P1	A-5	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃	CH ₃
P2	A-6	NO ₂	Br	C ₁₂ H ₂₅	C ₁₂ H ₂₅	CH ₃	CH ₃
P5	A-7	NO ₂	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅	CH ₃
P7	A-8	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅	C ₂ H ₅
P73	A-12	NO ₂	Br	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	CH ₃	CH ₃
P74	A-13	NO ₂	Br	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	CH ₃	CH ₃
P75	A-14	NO ₂	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉	CH ₃
P77	A-15	NO ₂	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₁₁ H ₂₃	CH ₃
P98	A-16	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉
P99	A-17	NO ₂	Br	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	C ₄ H ₉	CH ₃
P10	A-9	NO ₂	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ CN	C ₇ H ₁₅	CH ₃
P11	A-10	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ CN	C ₇ H ₁₅	CH ₃
P12	A-11	NO ₂	Br	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₇ H ₁₅	CH ₃

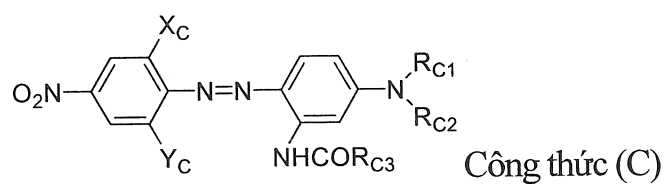
P8	A-X1	NO ₂	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ CN	CH ₃	CH ₃
P9	A-X2	NO ₂	Br	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₄ OCH ₃	CH ₃	CH ₃
P13	A-X3	NO ₂	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃
P14	A-X4	NO ₂	Br	CH ₂ CH=CH ₂	CH ₂ CH=CH ₂	CH ₃	CH ₃

Bảng 11



Các ví dụ về nhuộm	Hợp chất	R _{B1}	R _{B2}	R _{B3}
P22	B-1	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
P78	B-2	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉
P18	B-3	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
P15	B-4	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
P17	B-5	C ₁₂ H ₂₅	C ₁₂ H ₂₅	CH ₃
P19	B-6	C ₁₂ H ₂₅	C ₁₂ H ₂₅	C ₂ H ₅
P16	B-7	CH ₂ -CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	CH ₂ -CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	CH ₃
P20	B-8	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅
P21	B-9	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	C ₇ H ₁₅
P23	B-10	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	-CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉
P25	B-11	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃
P24	B-X1	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₄ OCH ₃	CH ₃

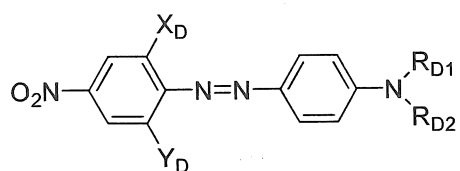
Bảng 12



Các ví dụ về nhuộm	Hợp chất	X _C	Y _C	R _{C1}	R _{C2}	R _{C3}
P31	C-1	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
P80	C-2	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₄ H ₉
P29	C-3	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
P27	C-4	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
P28	C-5	Cl	H	C ₁₂ H ₂₅	C ₁₂ H ₂₅	CH ₃
P26	C-6	Cl	H	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	CH ₃
P30	C-7	Cl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅
P79	C-18	Cl	H	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	CH ₃
P100	C-19	Cl	H	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	C ₂ H ₅
P42	C-17	Cl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃
P40	C-X1	Cl	H	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	CH ₃
P41	C-X2	Cl	H	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	C ₂ H ₄ OCOCH ₃	C ₂ H ₅
P36	C-8	Br	NO ₂	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅
-	C-9	Br	NO ₂	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
P39	C-10	NO ₂	CN	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
P35	C-11	Br	CN	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₇ H ₁₅
P34	C-12	Br	CN	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	C ₇ H ₁₅
P32	C-13	Br	CN	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃

P33	C-14	Br	CN	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅
P37	C-15	CN	CN	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
P38	C-16	CN	CN	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅
P101	C-20	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
P43	C-X3	Br	CN	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃
P44	C-X4	Br	CN	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
P45	C-X5	Br	NO ₂	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃
P46	C-X6	CN	CN	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃

Bảng 13

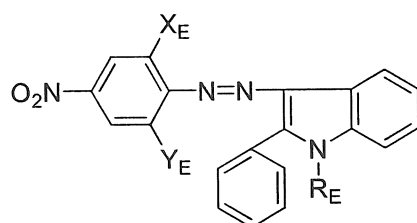


Công thức (D)

Các ví dụ về nhuộm	Hợp chất	X _D	Y _D	R _{D1}	R _{D2}
P48	D-1	Cl	Cl	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
P49	D-2	Cl	Cl	C ₁₂ H ₂₅	C ₁₂ H ₂₅
P47	D-3	Cl	Cl	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉
P52	D-4	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
P51	D-5	Br	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
P50	D-6	Br	Br	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉
P53	D-7	H	CN	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
P60	D-11	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ CN
P81	D-12	Cl	Cl	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃
P82	D-13	H	H	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃
P55	D-8	Cl	Cl	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅

P57	D-9	Br	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
P59	D-10	H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
P54	D-X1	Cl	Cl	C ₂ H ₄ CN	C ₂ H ₄ CN
P56	D-X2	Br	Br	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ CN
P58	D-X3	H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ CN
P61	D-X4	CN	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ CN

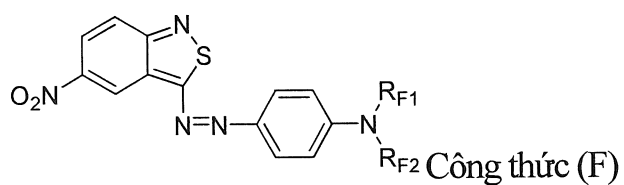
Bảng 14



Công thức (E)

Các ví dụ về nhuộm	Hợp chất	X _E	Y _E	R _E
P63	E-1	Cl	Cl	C ₈ H ₁₇
P62	E-2	Cl	Cl	C ₄ H ₉
P64	E-X3	Cl	Cl	CH ₃

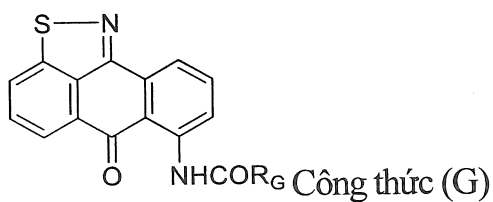
Bảng 15



Công thức (F)

Các ví dụ về nhuộm	Hợp chất	R _{F1}	R _{F2}
P65	F-1	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
P67	F-2	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
P66	F-X3	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ COOCH ₃

Bảng 16



Các ví dụ về nhuộm	Hợp chất	R _G
P71	G-1	-CH(C ₆ H ₁₃)C ₈ H ₁₇
P69	G-2	C ₇ H ₁₅
P68	G-3	-CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉
P70	G-4	C ₈ H ₁₇
P72	G-X5	C ₃ H ₇

Vải nhuộm polypropylen thu được trong các ví dụ về nhuộm P1 đến P82 và các ví dụ về nhuộm P98 đến P101 đã được đánh giá hiệu suất nhuộm, thử nghiệm độ bền ánh sáng, thử nghiệm độ bền tẩy hoa, thử nghiệm độ bền giặt, thử nghiệm độ bền mồ hôi, thử nghiệm độ bền cọ xát, và thử nghiệm độ bền ép nóng.

(1) Đánh giá hiệu suất nhuộm

Hiệu suất nhuộm được đánh giá dựa trên tổng giá trị K/S thu được bằng cách

đo màu của vải nhuộm cũng như thông qua xác nhận trực quan về phần căn thuốc nhuộm sau khi nhuộm. Màu của vải nhuộm được đo bằng cách sử dụng máy quang phổ cầu tích hợp Color-Eye 5 (do GretagMacbeth LLC sản xuất) như sau: vải nhuộm được dán vào giấy trắng, và màu của nó được đo bằng cách sử dụng D65 làm nguồn sáng quan sát qua trường nhìn hai độ.

(2) Thử nghiệm độ bền ánh sáng

Thử nghiệm độ bền ánh sáng được thực hiện bằng phương pháp đèn hồ quang cacbon cực tím phù hợp với tiêu chuẩn JIS L0842: 2004. Tóm tắt phương pháp thử nghiệm như sau. Vải nhuộm được tiếp xúc với ánh sáng trong 20 giờ bằng máy đo độ phai màu tia cực tím U48 (do Suga Test Instruments Co., Ltd. sản xuất) trong điều kiện nhiệt độ của bảng màu đen được đặt ở $63\pm 3^{\circ}\text{C}$, và sau đó đánh giá sự thay đổi màu hoặc phai màu.

(3) Thử nghiệm độ bền thăng hoa

Thử nghiệm độ bền thăng hoa được thực hiện bằng phương pháp phù hợp với tiêu chuẩn JIS L0854: 2013. Tóm tắt phương pháp thử nghiệm như sau. Vải nhuộm được kẹp giữa các vải nylon và giữ ở đó dưới tải trọng 12,5 kPa ở $120\pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 80 phút, và sau đó đánh giá sự thay đổi màu hoặc phai màu, và độ nhiễm bẩn của các vải nylon.

(4) Thử nghiệm độ bền giặt

Thử nghiệm độ bền giặt được thực hiện bằng phương pháp phù hợp với tiêu chuẩn JIS L0844: 2011 (A-2). Tóm tắt phương pháp thử nghiệm như sau. Vải nhuộm mà vải thử nghiệm nhiều sợi đã được gắn vào đó được giặt sạch ở $50\pm 2^{\circ}\text{C}$ với xà

phòng trong 30 phút, và sau đó sự thay đổi màu hoặc phai màu, và độ nhiễm bẩn của một phần bông và một phần nylon của vải thử nghiệm nhiều sợi được đánh giá. Ngoài ra, độ nhiễm bẩn của chất lỏng còn lại sau khi giặt sạch cũng được đánh giá.

(5) Thử nghiệm độ bền mồ hôi

Thử nghiệm độ bền mồ hôi được thực hiện bằng phương pháp phù hợp với tiêu chuẩn JIS L0848: 2004. Tóm tắt phương pháp thử nghiệm như sau. Sau khi được ngâm trong dung dịch mồ hôi nhân tạo có tính axit hoặc dung dịch mồ hôi nhân tạo có tính kiềm trong 30 phút, vải nhuộm mà vải thử nghiệm nhiều sợi đã được gắn vào đó được giữ dưới tải trọng 12,5 kPa ở $37\pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 4 giờ, và sau đó được làm khô ở nhiệt độ thấp hơn hoặc bằng 60°C . Sau đó, sự thay đổi màu hoặc phai màu, và độ nhiễm bẩn của một phần bông và một phần nylon của vải thử nghiệm nhiều sợi được đánh giá.

(6) Thử nghiệm độ bền cọ xát

Thử nghiệm độ bền cọ xát được thực hiện bằng phương pháp phù hợp với tiêu chuẩn JIS L0849: 2013. Tóm tắt phương pháp thử nghiệm như sau. Vải bông khô hoặc vải bông ướt được cọ xát qua lại 100 lần với vải nhuộm bằng máy thử nghiệm độ bền cọ xát RT-300 (do DAIEI KAGAKU SEIKI MFG. CO., LTD. sản xuất) với tải trọng 2 N được đặt vào đó. Sau đó, nó được đánh giá nếu vải bông có màu.

(7) Thử nghiệm độ bền ép nóng

Thử nghiệm độ bền ép nóng được thực hiện bằng phương pháp phù hợp với tiêu chuẩn JIS L0850: 2015 (khô A-2). Tóm tắt phương pháp thử nghiệm như sau. Vải nhuộm được xếp chồng lên vải bông và được giữ dưới tải trọng 4 ± 1 kPa được áp dụng bằng tấm nung nóng được đun nóng đến 150°C trong 15 giây, và sau đó sự thay đổi

màu hoặc phai màu, và độ nhiễm bẩn của vải bông được đánh giá.

Bảng 17 và 18 thể hiện các kết quả đánh giá của các ví dụ về nhuộm sử dụng các hợp chất được đại diện bởi Công thức (A).

Bảng 17

Ví dụ về nhuộm	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7
Ví dụ tổng hợp	5	6	3	4	7	1	8
Hợp chất thuốc nhuộm	A-5	A-6	A-3	A-4	A-7	A-1	A-8
X _A	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂
Y _A	Br	Br	Br	Br	Br	Br	Br
R _{A1}	C ₈ H ₁₇	C ₁₂ H ₂₅	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{A2}	C ₈ H ₁₇	C ₁₂ H ₂₅	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
R _{A3}	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	Etyl-pentyl	C ₇ H ₁₅	C ₇ H ₁₅	C ₇ H ₁₅
R _{A4}	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅
Hiệu suất nhuộm	255	207	250	236	214	245	256
	Không	Không	Không	Không	Không	Không	Không
Độ bền ánh sáng	3	3	3	3-4	Dưới cấp độ 3	3	3-4
Độ bền trắng hoa	5	5	5	5	4	4-5	5
Độ bền giặt	5	5	4-5	4-5	4	5	4-5
Sự thay đổi màu hoặc phai màu							

	Độ nhiễm bản	Bông	5	5	5	5	5	5	4-5	5
		Nylon	5	5	5	5	4-5	4-5	4-5	5
	Độ nhiễm bản chất lông còn lại		4-5	4-5	4-5	4-5	3	4	4-5	4-5
Độ bền mồ hôi (có tính axit)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5	5	5	5	4-5	5	5	5
	Độ nhiễm bản	Bông	5	5	5	5	5	4-5	4-5	5
		Nylon	5	5	5	5	4-5	4-5	4-5	5
Độ bền mồ hôi (có tính kiềm)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5	5	5	5	4-5	5	5	5
	Độ nhiễm bản	Bông	5	5	5	5	5	4-5	4-5	5
		Nylon	5	5	5	5	4-5	4-5	4-5	5
Độ bền cọ xát	Khô		5	5	5	5	4-5	5	5	5
	Ướt		5	5	5	5	4	5	5	5
	Ép nóng		5	5	4-5	5	5	5	5	5

Bảng 18

Ví dụ về nhuộm	P8	P9	P10	P11	P12	P13	P14	P73	P74	P75	P76	P77	P98	P99
Ví dụ tổng hợp	—	—	56	57	58	—	—	59	60	61	2	62	66	69
Hợp chất thuốc nhuộm	A-X1	A-X2	A-9	A-10	A-11	A-X3	A-X4	A-12	A-13	A-14	A-2	A-15	A-16	A-17
X _A	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂
Y _A	Br	Br	Br	Br	Br	Br	Br	Br	Br	Br	Br	Br	Br	Br
R _{A1}	C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ O CH ₃	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ O CH ₃	C ₂ H ₅	C ₃ H ₅	C ₄ H ₉	C ₆ H ₁₃	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇	C ₆ H ₁₃
R _{A2}	C ₂ H ₄ CN	C ₂ H ₄ O CH ₃	C ₃ H ₄ C N	C ₂ H ₄ CN	C ₂ H ₄ O CH ₃	C ₂ H ₅	C ₃ H ₅	C ₄ H ₉	C ₆ H ₁₃	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇	C ₆ H ₁₃
R _{A3}	CH ₃	CH ₃	C ₇ H ₁₅	C ₇ H ₁₅	C ₇ H ₁₅	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	C ₁₁ H ₂₃	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉
R _{A4}	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₄ H ₉	CH ₃
Hiệu suất nhuộm	24	66	93	78	146	62	71	211	258	168	174	237	263	233
Tổng K/S	Có	Có	Không	Có	Không	Có	Có	Không	Không	Có	Không	Không	Không	Không
Cặn thuốc nhuộm	Có	Có	Không	Có	Không	Có	Có	Không	Không	Có	Không	Không	Không	Không
Độ bền ánh sáng	Dưới cấp độ 3	Dưới cấp độ 3	3	3	Dưới cấp độ 3	Dưới cấp độ 3	Dưới cấp độ 3	3-4	3-4	3-4	4-5	3-4	3-4	3
Độ bền thăng hoa	5	5	4-5	5	5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	5	4-5	5	5

Độ bền giặt	Sự thay đổi màu hoặc phai màu					5	4-5	4-5		4-5	5	5	5	4-5	4-5
	Độ bền	Độ nhuộm	Bóng			4-5	4-5	4-5		4-5	5	4-5	5	5	5
		bản	Nylon			4	4-5	4-5		4-5	5	4	5	5	5
Độ bền mồ hôi (có tính axit)	Độ nhuộm bản chất lông còn lại					4-5	4			3	4-5	3	4-5	4	4-5
	Độ bền	Sự thay đổi màu hoặc phai màu				5	4-5	4-5		5	5	5	5	5	5
		Độ nhuộm	Bóng			5	5	5		5	5	5	5	5	5
Độ bền mồ hôi (có tính kiềm)	Độ nhuộm bản		Nylon			5	5	5		5	5	5	5	5	5
	Độ bền	Sự thay đổi màu hoặc phai màu				5	4-5	4-5		5	5	5	5	5	5
		Độ nhuộm	Bóng			5	5	5		5	5	5	5	5	5
Độ bền cọ xát	Độ nhuộm bản		Nylon			3-4	4	3		4-5	5	4	5	5	5
	Độ bền	Khô				3	4	3-4		4-5	5	4	5	4-5	5
		Ướt				5	5	5		5	5	5	5	5	5
Ép nóng						5	5	5		5	5	5	5	5	5

Hiệu suất nhuộm của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (A) được mô tả như sau. Các hợp chất được sử dụng trong các ví dụ về nhuộm P1 đến P7, P73 đến P77, P98, và P99 trong đó ít nhất một trong số R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} là nhóm alkyl có 4 nguyên tử cacbon hoặc lớn hơn có hiệu suất nhuộm thuận lợi.

Tuy nhiên, các hợp chất được sử dụng trong các ví dụ về nhuộm P8 đến P14 trong đó tất cả R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} đều là các nhóm alkyl có 3 nguyên tử cacbon hoặc nhỏ hơn hoặc nhóm alkyl có CN, OCH_3 , hoặc $CH=CH_2$ làm nhóm thế, đó là các thuốc nhuộm phân tán và tương tự được sử dụng để nhuộm các sợi polyeste và tương tự thông thường, có hiệu suất nhuộm kém.

Độ bền của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (A) được mô tả bên dưới. Các hợp chất trong đó X_A là nhóm nitro, Y_A là nguyên tử brom, và ít nhất một trong số R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} là nhóm alkyl có 4 nguyên tử cacbon hoặc lớn hơn có độ bền thuận lợi.

Bảng 19 thể hiện kết quả đánh giá của các ví dụ về nhuộm sử dụng các hợp chất được đại diện bởi Công thức B.

Bảng 19

Ví dụ về nhuộm	P15	P16	P17	P18	P19	P20	P21	P22	P23	P24	P25	P78
Ví dụ tổng hợp	12	15	13	11	14	16	47	9	48	—	55	10
Hợp chất thuốc nhuộm	B-4	B-7	B-5	B-3	B-6	B-8	B-9	B-1	B-10	B-X1	B-11	B-2
R _{B1}	C ₈ H ₁₇	Etyl-hexyl	C ₁₂ H ₂₅	C ₈ H ₁₇	C ₁₂ H ₂₅	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇
R _{B2}	C ₈ H ₁₇	Etyl-hexyl	C ₁₂ H ₂₅	C ₈ H ₁₇	C ₁₂ H ₂₅	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇
R _{B3}	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅	C ₇ H ₁₅	C ₇ H ₁₅	Etyl-pentyl	CH ₃	CH ₃	C ₄ H ₉
Hiệu suất nhuộm	110	143	118	164	151	65	156	150	192	17	8	174
Độ bền ánh sáng	6	6	5	6	5	6	6	6	6	Dưới cấp độ 3	Dưới cấp độ 3	6
Độ bền thăng hoa	5	5	5	5	5	4-5	5	5	5	5	5	5

Độ bền giặt	Sự thay đổi màu hoặc phai màu	5	5	4-5	5	5	5	4-5	5
	Độ nhiễm bẩn Bông	5	4-5	5	5	5	4-5	5	5
	Nylon	5	5	5	5	5	4-5	5	5
	Độ nhiễm bẩn chất lỏng còn lại	5	4	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4
	Sự thay đổi màu hoặc phai màu	5	5	5	5	5	4-5	5	5
	Độ nhiễm bẩn Bông	5	5	5	5	5	5	5	5
Độ bền mồ hôi (có tính axit)	Nylon	5	5	5	5	5	5	5	5
	Sự thay đổi màu hoặc phai màu	4	5	5	5	5	4-5	5	5
	Độ nhiễm bẩn Bông	5	5	5	5	5	5	5	5
	(có tính kiềm)	5	5	5	5	5	5	5	5
	Nylon	5	5	5	5	5	5	5	5
	Sự thay đổi màu hoặc phai màu	5	5	5	5	5	5	5	5
	Độ nhiễm bẩn Bông	5	5	5	5	5	5	5	5
Độ bền cọ xát	Nylon	5	5	5	5	5	5	5	5
	Khô	5	4-5	5	5	5	5	5	5
	Ướt	4-5	4-5	4-5	5	4-5	4-5	5	5
	Eppening	5	5	5	5	5	5	5	5
	Sự thay đổi màu hoặc phai màu	5	5	5	5	5	5	5	5
	Độ nhiễm bẩn Bông	5	5	5	5	5	5	5	5
	(có tính kiềm)	5	5	5	5	5	5	5	5
	Nylon	5	5	5	5	5	5	5	5

Hiệu suất nhuộm của các hợp chất được đại diện bởi Công thức B được mô tả như sau. Các hợp chất được sử dụng trong các ví dụ về nhuộm P15 đến P23 và P78 trong đó R_{B1} , R_{B2} , và R_{B3} là các nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{B1} , R_{B2} , và R_{B3} đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon) có hiệu suất nhuộm thuận lợi.

Tuy nhiên, hợp chất được sử dụng trong Ví dụ về nhuộm P24 hoặc P25 trong đó R_{B1} và R_{B2} là các nhóm alkyl có OCH_3 làm nhóm thế, là thuốc nhuộm phân tán hoặc tương tự được sử dụng để nhuộm sợi polyeste và loại tương tự thông thường, có hiệu suất nhuộm kém.

Các Bảng 20 và 21 thể hiện kết quả đánh giá của các ví dụ về nhuộm sử dụng các hợp chất được đại diện bởi Công thức (C).

Bảng 20

Ví dụ về nhuộm		P26	P27	P28	P29	P30	P31	P32	P33	P34	P35	P36	P37	P38	P39
Ví dụ tổng hợp		22	20	21	19	23	17	41	42	40	39	36	43	44	38
Hợp chất thuốc nhuộm		C-6	C-4	C-5	C-3	C-7	C-1	C-13	C-14	C-12	C-11	C-8	C-15	C-16	C-10
X _C		Cl	Cl	Cl	Cl	Cl	Cl	CN	CN	CN	CN	NO ₂	CN	CN	CN
Y _C		H	H	H	H	H	H	Br	Br	Br	Br	Br	CN	CN	NO ₂
R _{C1}		C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₁₂ H ₂₅	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇
R _{C2}		C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₁₂ H ₂₅	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇
R _{C3}		CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₇ H ₁₅	C ₇ H ₁₅	CH ₃	C ₇ H ₁₅	C ₇ H ₁₅	C ₇ H ₁₅	C ₇ H ₁₅	CH ₃	C ₇ H ₁₅	C ₇ H ₁₅
Hiệu suất nhuộm	Tổng K/S	154	182	193	242	137	146	127	100	147	165	199	92	86	178
	Cặn thuốc nhuộm	Không	Không	Không	Không	Không	Không	Không	Không	Không	Không	Không	Không	Không	Không
Độ bền ánh sáng		5	6	6	5	4	6	Dưới cấp độ 3	Dưới cấp độ 3	3	3	Dưới cấp độ 3	Dưới cấp độ 3	Dưới cấp độ 3	Dưới cấp độ 3
Độ bền trắng hoa		2	3-4	4-5	4-5	3	4-5	5	4-5	5	5	4	5	5	5
Độ bền giặt	Sự thay đổi màu hoặc phai màu	5	5	5	4-5	5	5	4	5	4-5	4-5	5	4-5	3-4	5
	Độ nhiễm bẩn	3-4	4-5	5	5	3-4	5	5	5	5	5	5	5	3-4	5
		3	4	4-5	4-5	3-4	5	5	4-5	5	5	4-5	5	4	5

	Độ nhiễm bẩn chất lỏng còn lại	1-2	5	4-5	4-5	2	4	4-5	3-4	4-5	3	3-4	2	5
Độ bền mồ hôi (có tính axit)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu	5	5	5	4-5	5	5	5	5	5	5	5	4	5
	Độ nhiễm bẩn Bông	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	Nylon	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Độ bền mồ hôi (có tính kiềm)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu	5	5	5	4-5	5	5	5	5	5	5	5	4	5
	Độ nhiễm bẩn Bông	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	Nylon	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Độ bền cọ xát	Khô	4	4-5	5	5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	3-4	2-3	3-4
	Ướt	3-4	4-5	4	5	3-4	4-5	4	4	4-5	3	3	2-3	3-4
Ép nóng		4-5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5

Bảng 21

Ví dụ về nhuộm	P40	P41	P42	P43	P44	P45	P46	P79	P80	P100	P101
Ví dụ tổng hợp	—	—	53	—	—	—	—	63	18	67	68
Hợp chất thuốc nhuộm	C-X1	C-X2	C-17	C-X3	C-X4	C-X5	C-X6	C-18	C-2	C-19	C-20
X _C	Cl	Cl	Cl	CN	CN	NO ₂	CN	Cl	Cl	Cl	H
Y _C	H	H	H	Br	Br	Br	CN	H	H	H	H
R _{C1}	C ₂ H ₄ OCOME	C ₂ H ₄ OCOME	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇	C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇
R _{C2}	C ₂ H ₄ OCOME	C ₂ H ₄ OCOME	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇	C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇
R _{C3}	CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₄ H ₉	C ₂ H ₅	CH ₃
Hiệu suất nhuộm	Tổng K/S	24	101	23	35	59	8	211	193	204	192
	Cặn thuốc nhuộm	Không	Có	Có	Có	Có	Có	Không	Không	Không	Không
Độ bền ánh sáng	Dưới cấp độ 3	Dưới cấp độ 3	5	Dưới cấp độ 3	Dưới cấp độ 3	Dưới cấp độ 3	Dưới cấp độ 3	6	6	6	6
Độ bền thăng hoa	4	4	2-3		4-5	3-4	5	4	4-5	4-5	4
Độ bền giặt			4-5					5	5	5	5

Hiệu suất nhuộm của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (C) được mô tả như sau. Các hợp chất được sử dụng trong các ví dụ về nhuộm P26 đến P39, P79, P80, P100, và P101 trong đó R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon) có hiệu suất nhuộm kém.

Tuy nhiên, các hợp chất được sử dụng trong các ví dụ về nhuộm P40 đến P46, đó là các thuốc nhuộm phân tán và tương tự được sử dụng để nhuộm sợi polyeste và loại tương tự thông thường, có hiệu suất nhuộm kém.

Độ bền của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (C) được mô tả bên dưới. Các hợp chất trong đó X_C là nguyên tử clo và Y_C là nguyên tử hydro hoặc X_C là nguyên tử hydro và Y_C là nguyên tử hydro, cũng như R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon) có độ bền thuận lợi.

Bảng 22 thể hiện kết quả đánh giá của các ví dụ về nhuộm sử dụng các hợp chất được đại diện bởi Công thức (D).

Bảng 22

Ví dụ về nhuộm	P47	P48	P49	P50	P51	P52	P53	P54	P55	P56	P57	P58	P59	P60	P61	P81	P82
Ví dụ tổng hợp	26	24	25	32	31	30	35	—	49	—	50	—	51	52	—	64	65
Hợp chất thuốc nhuộm	D-3	D-1	D-2	D-6	D-5	D-4	D-7	D-X1	D-8	D-X2	D-9	D-X3	D-10	D-11	D-X4	D-12	D-13
X _D	Cl	Cl	Cl	Br	Br	H	CN	Cl	Cl	Br	Br	H	H	H	CN	Cl	H
Y _D	Cl	Cl	Cl	Br	Br	H	H	Cl	Cl	Br	Br	H	H	H	H	Cl	H
R _{D1}	C ₄ H ₆	C ₈ H ₁₇	C ₁₂ H ₂₅	C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₃ H ₄ CN	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃
R _{D2}	C ₄ H ₆	C ₈ H ₁₇	C ₁₂ H ₂₅	C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₃ H ₄ CN	C ₂ H ₅	C ₃ H ₄ CN	C ₂ H ₅	C ₃ H ₄ CN	C ₂ H ₅	C ₃ H ₄ CN	C ₂ H ₄ CN	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃
Hiệu suất nhuộm	133	117	131	126	117	149	211	6	54	30	72	17	63	90	14	145	178
Tổng K/S	Không	Không	Không	Không	Không	Không	Không	Có	Không	Có	Có		Không	Không	Có	Không	Có
Cặn thuốc nhuộm	Không	Không	Không	Không	Không	Không	Không	Có	Không	Có	Có				Có	Không	
Độ bền ánh sáng	5	6	6	6	5	6	Dưới cấp độ 3	Dưới cấp độ 3	6	Dưới cấp độ 3	6		6	3	Dưới cấp độ 3	6	6

Độ bền thăng hoa		2-3	4-5	5	3	5	3-4	4	5		1-2	3	3-4	4	3
Độ bền giặt	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		4-5	5	5	5	5	4-5		4	4	5		5	5
			4-5	5	5	4-5	5	5		4	3	5		5	5
	Độ nhuộm bản														
	Nylon	3-4	5	4-5	4	5	5	4-5		2	2-3	3-4		5	4-5
Độ bền mồ hôi (có tính axit)	Độ nhuộm bản chất lỏng còn lại		2-3	4-5	4	2-3	4	4		4-5	3	2		4	3
	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		4-5	5	5	5	5	5		5	5	5		5	5
			4-5	5	5	5	5	5		4-5	4-5	5		5	5
Độ bền mồ hôi (có tính kiềm)	Độ nhuộm bản														
			4-5	5	5	5	5	5		4	4	5		5	5
	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		4-5	5	5	5	5	5		5	5	5		5	5
			4-5	5	5	5	5	5		4-5	4-5	5		5	5

Độ bền cơ xát	Độ	Khô	5	5	5	5	5	5	5	4-5	5	2-3		3		3		3	4		5	5
		Ướt	4-5	5	5	5	5	4-5	4-5	4-5	4-5	3		3-4		3		3	3-4		5	4-5
	Ép nóng		5	5	5	5	5	5	5	5	5	4-5		5		4		5	5		5	5

Hiệu suất nhuộm của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (D) được mô tả như sau. Các hợp chất được sử dụng trong các ví dụ về nhuộm P47 to P53, P60, P81, và P82 trong đó R_{D1} và R_{D2} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon có hiệu suất nhuộm kém.

Tuy nhiên, thuốc nhuộm phân tán và tương tự được sử dụng trong các ví dụ về nhuộm P54 đến P59 và P61, là thuốc được sử dụng để nhuộm sợi polyeste và loại tương tự thông thường, có hiệu suất nhuộm kém.

Độ bền của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (D) được mô tả bên dưới. Các hợp chất trong đó cả X_D và Y_D là các nguyên tử clo hoặc cả X_D và Y_D là các nguyên tử brom hoặc cả X_D và Y_D là các nguyên tử hydro có độ bền thuận lợi.

Bảng 23 thể hiện kết quả đánh giá của các ví dụ về nhuộm sử dụng các hợp chất được đại diện bởi Công thức (E).

Bảng 23

Ví dụ về nhuộm		P62	P63	P64	
Ví dụ tổng hợp		34	33	—	
Hợp chất thuốc nhuộm		E-2	E-1	E-X3	
X _E		Cl	Cl	Cl	
Y _E		Cl	Cl	Cl	
R _E		C ₄ H ₉	C ₈ H ₁₇	CH ₃	
Hiệu suất nhuộm	Tổng K/S	77	84	20	
	Cặn thuốc nhuộm	Có	Không	Có	
Độ bền ánh sáng		5	6		
Độ bền thăng hoa		3	3		
Độ bền giặt	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		4	5	
	Độ nhiễm bẩn	Bông	4-5	5	
		Nylon	3-4	4-5	
	Độ nhiễm bẩn chất lỏng còn lại		3-4	4-5	
Độ bền mồ hôi (có tính axit)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		4	5	
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5	4-5	
		Nylon	4-5	4-5	
Độ bền mồ hôi (có tính kiềm)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		4	5	
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5	5	
		Nylon	4-5	4-5	
Độ bền cọ xát	Khô	5	5		

	Uớt	4-5	4-5	
Ép nóng		4-5	5	

Hiệu suất nhuộm của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (E) được mô tả như sau. Hợp chất được sử dụng trong Ví dụ về nhuộm P62 hoặc P63 trong đó R_E là nhóm alkyl có từ 4 đến 18 nguyên tử cacbon có hiệu suất nhuộm kém.

Tuy nhiên, hợp chất được sử dụng trong Ví dụ về nhuộm P64, là hợp chất thuốc nhuộm được sử dụng để nhuộm sợi polyester và loại tương tự thông thường, có hiệu suất nhuộm kém.

Số lượng các nguyên tử cacbon trong nhóm hydrocacbon R_E càng lớn, thì độ bền của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (E) càng có lợi.

Bảng 24 thể hiện kết quả đánh giá của các ví dụ về nhuộm sử dụng các hợp chất được đại diện bởi Công thức (F).

Bảng 24

Ví dụ về nhuộm		P65	P66	P67
Ví dụ tổng hợp		29	—	54
Hợp chất thuốc nhuộm		F-1	F-X3	F-2
R_{F1}		C_8H_{17}	C_2H_5	C_2H_5
R_{F2}		C_8H_{17}	$C_2H_4COOCH_3$	C_2H_5
Hiệu suất nhuộm	Tổng K/S	204	62	61
	Cặn thuốc nhuộm	Không	Không	Có
Độ bền ánh sáng		5	Dưới cấp độ 3	3
Độ bền tẩy hoa		4-5	3	3
Độ bền giặt	Sự thay đổi màu hoặc phai	5		4

	màu				
	Độ nhiễm bẩn	Bông	4-5		4
		Nylon	5		2
	Độ nhiễm bẩn chất lỏng còn lại		4		3
Độ bền mồ hôi (có tính axit)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5		4-5
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5		5
		Nylon	5		4-5
Độ bền mồ hôi (có tính kiềm)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5		4-5
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5		5
		Nylon	5		4-5
Độ bền cọ xát	Khô		4-5		3
	Ướt		4		3
Ép nóng			5		5

Hiệu suất nhuộm của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (F) được mô tả như sau. Hợp chất được sử dụng trong Ví dụ về nhuộm P65 trong đó R_{F1} và R_{F2} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon có hiệu suất nhuộm kém.

Tuy nhiên, hợp chất được sử dụng trong Ví dụ về nhuộm P66 hoặc P67, là thuốc nhuộm phân tán hoặc tương tự được sử dụng để nhuộm sợi polyeste và loại tương tự thông thường, có hiệu suất nhuộm kém.

Số lượng các nguyên tử cacbon trong R_{F1} và R_{F2} càng lớn, thì độ bền của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (F) càng có lợi.

Bảng 25 thể hiện kết quả đánh giá của các ví dụ về nhuộm sử dụng các hợp

chất được đại diện bởi Công thức (G).

Bảng 25

Ví dụ về nhuộm			P68	P69	P70	P71	P72
Ví dụ tổng hợp			45	28	46	27	—
Hợp chất thuốc nhuộm			G-3	G-2	G-4	G-1	G-X5
R _G			Etyl-pentyl	C ₇ H ₁₅	C ₈ H ₁₇	Hexyl-nonyl	C ₃ H ₇
Hiệu suất nhuộm	Tổng K/S		38	39	39	40	12
	Cặn thuốc nhuộm		Không	Không	Không	Không	Có
Độ bền ánh sáng			5	4	4	5	4
Độ bền thăng hoa			3-4	3-4	3-4	4-5	2
Độ bền giặt	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5	4-5	4-5	4-5	
	Độ nhiễm bẩn	Bông	4	4-5	4-5	5	
		Nylon	3-4	3-4	3-4	5	
	Độ nhiễm bẩn chất lỏng còn lại		2-3	3	3	4-5	
Độ bền mồ hôi (có tính axit)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		4	4	4-5	4-5	
	Độ nhiễm bẩn	Bông	4-5	4-5	4-5	5	
		Nylon	4-5	4-5	4-5	5	
Độ bền mồ hôi (có tính kiềm)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		4	4-5	4-5	4-5	
	Độ	Bông	4-5	4-5	5	5	

	nhiễm bẩn	Nylon	4-5	4-5	4-5	5	
Độ bền cọ xát	Khô		2-3	4-5	4-5	5	
	Uớt		2-3	4-5	4-5	5	
Ép nóng			4-5	5	5	5	

Hiệu suất nhuộm của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (G) được mô tả như sau. Các hợp chất được sử dụng trong các ví dụ về nhuộm P68 đến P71 trong đó R_G là nhóm alkyl có từ 7 đến 18 nguyên tử cacbon có hiệu suất nhuộm thuận lợi.

Tuy nhiên, hợp chất được sử dụng trong ví dụ về nhuộm P72, là hợp chất thuốc nhuộm được sử dụng để nhuộm sợi polyeste và loại tương tự thông thường, có hiệu suất nhuộm kém.

Số lượng các nguyên tử cacbon trong R_G càng lớn, thì độ bền của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (G) càng có lợi.

Các ví dụ khác về nhuộm polypropylen

Các sợi polypropylen được nhuộm bằng kỹ thuật nhuộm cacbon đioxit siêu tới hạn bằng cách sử dụng hỗn hợp từ hai hoặc nhiều hợp chất thuốc nhuộm được liệt kê trong các Bảng 3 đến 9 hoặc các hợp chất thuốc nhuộm phân tán và các hợp chất tương tự được liệt kê trong các Bảng 3 đến 9 thường được sử dụng để nhuộm sợi polyeste và tương tự.

Các vải nhuộm thu được phải trải qua quá trình đánh giá hiệu suất nhuộm, thử nghiệm độ bền ánh sáng, thử nghiệm độ bền tẩy hoa, thử nghiệm độ bền giặt, thử nghiệm độ bền mồ hôi, thử nghiệm độ bền cọ xát, và thử nghiệm độ bền ép nóng theo

cách tương tự như vải nhuộm polypropylen được nhuộm bằng cách sử dụng một loại hợp chất thuốc nhuộm. Hiệu suất nhuộm được đánh giá dựa trên tổng giá trị K/S, giá trị L^* , giá trị a^* , và giá trị b^* thu được bằng cách đo màu của vải nhuộm cũng như thông qua xác nhận trực quan về phần cặn thuốc nhuộm sau khi nhuộm. Màu của vải nhuộm được đo bằng máy quang phổ cầu tích hợp Color-Eye 5 (do GretagMacbeth LLC sản xuất) như sau: vải nhuộm được dán vào giấy trắng, và màu của nó được đo bằng cách sử dụng D65 làm nguồn sáng quan sát qua trường nhìn hai độ.

Các Bảng 26 và 27 thể hiện các kết quả đánh giá của thuốc nhuộm nêu trên.

Bảng 26

Ví dụ về nhuộm	P83	P84	P85	P86	P87	P88	P89
Hợp chất thuốc nhuộm	A-1					1,00% o.m.f.	2,00% o.m.f.
	A-7			1,00% o.m.f.	0,50% o.m.f.		
	B-4	2,00% o.m.f.	2,40% o.m.f.				
	F-1			1,00% o.m.f.	0,50% o.m.f.		
	C-1					0,30% o.m.f.	0,60% o.m.f.
Tổng hợp chất thuốc nhuộm	C-4	0,60% o.m.f.	0,40% o.m.f.	0,60% o.m.f.	0,30% o.m.f.		
	D-1	1,40% o.m.f.	1,20% o.m.f.	1,40% o.m.f.	0,70% o.m.f.	0,70% o.m.f.	1,40% o.m.f.
		4,0% o.m.f.	4,0% o.m.f.	4,0% o.m.f.	2,0% o.m.f.	2,0% o.m.f.	4,0% o.m.f.
Hiệu suất nhuộm	L*	19,4	22,5	16,6	16,2	21,8	15,8

	a*	8,2	10,5	5,8	3,4	7,7	2,6	1,6
	b*	2,6	6,0	-0,5	-1,6	-2,2	-1,0	-0,2
	Tổng K/S	501	407	612	634	359	624	716
	Cặn thuốc nhuộm	Không	Không	Không	Không	Không	Không	Không
Độ bền ánh sáng							5	5
Độ bền thăng hoa							4	3-4
Độ bền giặt	Sự thay đổi màu hoặc phai màu						5	4-5
	Độ nhiễm bẩn	Bông					4-5	3-4
		Nylon					5	4
	Độ nhiễm bẩn chất lỏng						2-3	1-2
Độ bền mồ hôi (có tính axit)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu						5	5
	Độ nhiễm bẩn	Bông					5	5
		Nylon					5	5
	Sự thay đổi màu hoặc phai màu						5	5
Độ bền mồ hôi (có tính kiềm)	Độ nhiễm bẩn	Bông					5	5

		Nylon							5	5
Độ bền cọ xát	Khô								4	2-3
	Ướt								4	2-3
Ép nóng									5	5

Bảng 27

Ví dụ về nhuộm	P90	P91	P92	P93	P94	P95	P102	P103	P104	P105	P106	P107
A-3				1,00 % o.m.f.	1,00 % o.m.f.	0,50 % o.m.f.		1,00 % o.m.f.				
A-5	2,00 % o.m.f.	1,00 % o.m.f.	1,00 % o.m.f.				1,00 % o.m.f.		1,00 % o.m.f.	1,00 % o.m.f.	1,00 % o.m.f.	1,00 % o.m.f.
C-3	0,60 % o.m.f.	0,30 % o.m.f.	0,30 % o.m.f.	0,30 % o.m.f.	0,30 % o.m.f.	0,15 % o.m.f.	0,30 % o.m.f.	0,30 % o.m.f.				
C-4									0,30 % o.m.f.			
C-20										0,40 % o.m.f.	0,40 % o.m.f.	0,40 % o.m.f.
D-1			0,70 %		0,70 %	0,35 %						0,60 %

	hoặc phai màu																
	Độ nhuộm bản	Bông		5	4-5	4-5		4-5	4-5	5	4-5	5	4-5	5	4-5	5	4-5
		Nylon		5	5	5		5	5	4-5	5	5	5	5	5	5	5
	Độ nhuộm bản chất lỏng			3-4	4	3-4		3	3-4	3-4	3	3-4	3	3-4	4		
Độ bền mờ hôi (có tính axit)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu			5	5	5		5	5	5	5	5	5	5	5	5	
	Độ nhuộm bản	Bông		5	5	5		5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
		Nylon		5	5	5		5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Độ bền mờ hôi (có tính kiềm)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu			5	5	5		5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	Độ nhuộm bản	Bông		5	5	5		5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
		Nylon		5	5	5		5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Độ bền cơ xát	Khô			3-4	4	3-4		3-4	3-4	4	3-4	4	3-4	3-4	4	4	4
	Ướt			3-4	4	3-4		3-4	3-4	4	3-4	4	3-4	3-4	4	4	4
Ép nóng				5	5	5		5	4-5	5	5	5	5	5	5	5	5

Như được thể hiện tại các Bảng 26 và 27, khi hỗn hợp thuốc nhuộm màu da cam, thuốc nhuộm màu đỏ, thuốc nhuộm màu tím, và thuốc nhuộm màu xanh lam theo sáng chế thu được trong các ví dụ về thuốc nhuộm P83 đến P95 và P102 đến P107 được sử dụng, sẽ thu được các loại vải nhuộm màu đen đã được nhuộm tốt và có độ bền cao.

Các ví dụ về nhuộm polyetylen

Ví dụ về nhuộm E1

FIG. 1 thể hiện thiết bị nhuộm cacbon đioxit siêu tới hạn được sử dụng để nhuộm. Các thiết bị nhuộm bao gồm xi lanh CO₂ lỏng (1), bộ lọc (2), vỏ bọc làm mát (3), bộ làm mát (4), bơm cao áp (5), bộ làm nóng sơ bộ (6), đồng hồ đo áp suất (7 đến 9), thiết bị truyền động từ tính (10), động cơ DC (11), van an toàn (12, 13), van chặn (14 đến 18), van kim (19), và bộ gia nhiệt (20).

Vải polyetylen được cắt thành các mảnh có khối lượng khoảng 50 đến 70 g, và các mảnh cắt được cân. Vải bông, vải polyetylen, và vải bông được quấn quanh xi lanh không gỉ (21) có các lỗ đục theo thứ tự đã nêu từ bên trong, và được cố định lỏng lẻo bằng sợi bông. Vải bông bên trong được dùng làm vải lót, và vải bông bên ngoài được dùng làm vải che.

Xi lanh không gỉ xung quanh mẫu vải được mô tả trên đây (được cấu thành bởi vải sợi bông, vải polyetylen, và vải sợi bông) đã được quấn cố định vào thùng không gỉ chịu áp lực (22), và miếng giấy lau trong đó hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam A-5 thu được trong Ví dụ tổng hợp 5 với số lượng tương đương với 0,3 % khối lượng so với khối lượng của vải polyetylen đã được quấn được đặt trên đường dẫn chất lỏng nằm ở

phần trên của xi lanh không gỉ. Thùng không gỉ chịu áp lực có dung tích 2230 cm³. Tất cả các van trong các thiết bị nhuộm đều được đóng lại, và việc gia nhiệt được thực hiện bằng thiết bị gia nhiệt sơ bộ cho đến khi nhiệt độ lên tới 98°C.

Sau khi đạt đến nhiệt độ nhuộm, van chặn (14) và (16) được mở, và 1,13 kg cacbon đioxit lỏng được đưa vào thùng không gỉ chịu áp lực bằng cách sử dụng bơm cao áp đi kèm với vỏ bọc làm mát. Sau đó, van chặn (14) và (16) đều được đóng lại, và một cánh quạt nằm ở phần dưới của thùng không gỉ chịu áp lực và bộ truyền động từ được sử dụng để lưu thông cacbon đioxit lỏng. Tốc độ quay của bộ truyền động từ là 750 rpm (vòng/phút), và hướng lưu thông từ phía trong của xi lanh ra phía ngoài của nó.

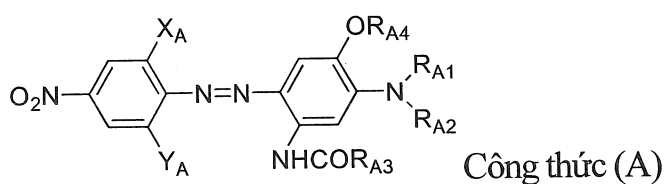
Sau khi đạt được nhiệt độ được xác định trước và áp suất được xác định trước (98°C, 25 MPa) bên trong thùng không gỉ chịu áp lực, các điều kiện nhiệt độ và áp suất này được giữ trong 60 phút, và do đó vải polyetylen được nhuộm. Sau khi nhuộm xong, van chặn (18) được mở, và sau đó van kim dần dần được mở để giải phóng cacbon đioxit bên trong thùng không gỉ chịu áp lực và giảm áp suất bên trong thùng không gỉ chịu áp lực từ 25 MPa xuống áp suất không khí. Quá trình tuần hoàn được tiếp tục cho đến khi đạt tới áp suất tối hạn của cacbon đioxit (khoảng 8 MPa). Sau đó, vải nhuộm polyetylen được chuyển ra khỏi thùng không gỉ chịu áp lực.

Các ví dụ về nhuộm E2 đến E14 và các ví dụ về nhuộm E18 đến E20

Vải nhuộm polyetylen thu được theo quy trình nhuộm tương tự như được mô tả trong Ví dụ về nhuộm E1, ngoại trừ hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam A-5 được mô tả trong Ví dụ về nhuộm E1 đã được thay đổi thành các hợp chất thuốc nhuộm được

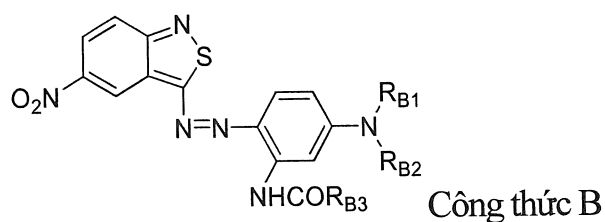
liệt kê trong các Bảng 3 đến 9 hoặc các hợp chất thuốc nhuộm phân tán và các hợp chất tương tự được liệt kê trong các Bảng 3 đến 9 thường được sử dụng để nhuộm sợi polyester và tương tự. Các Bảng 28 đến 32 thể hiện các hợp chất thuốc nhuộm được sử dụng trong các ví dụ về nhuộm E1 đến E14 và các ví dụ về nhuộm E18 đến E20.

Bảng 28



Các ví dụ về nhuộm	Các hợp chất	X _A	Y _A	R _{A1}	R _{A2}	R _{A3}	R _{A4}
E2	A-3	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	CH ₃
E3	A-4	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	-CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	CH ₃
E1	A-5	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃	CH ₃
E4	A-13	NO ₂	Br	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	CH ₃	CH ₃
E18	A-16	NO ₂	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉

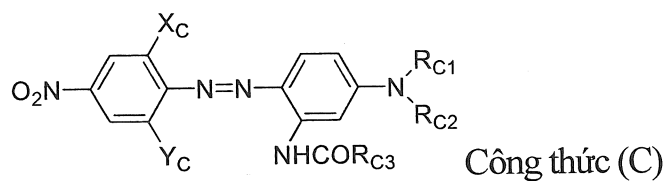
Bảng 29



Các ví dụ về nhuộm	Các hợp chất	R _{B1}	R _{B2}	R _{B3}

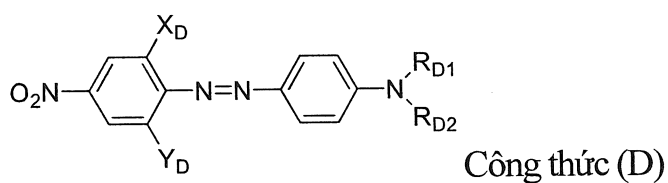
E19	B-10	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	-CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉
-----	------	--------------------------------	--------------------------------	--

Bảng 30



Các ví dụ về nhuộm	Các hợp chất	X _C	Y _C	R _{C1}	R _{C2}	R _{C3}
E6	C-3	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₂ H ₅
E7	C-18	Cl	H	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	CH ₃
E5	C-4	Cl	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	CH ₃
E20	C-19	Cl	H	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	C ₂ H ₅

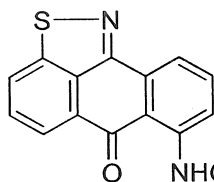
Bảng 31



Các ví dụ về nhuộm	Các hợp chất	X _D	Y _D	R _{D1}	R _{D2}
E8	D-1	Cl	Cl	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
E10	D-4	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
E9	D-5	Br	Br	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇
E13	D-8	Cl	Cl	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅

E11	D-12	Cl	Cl	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃
E12	D-13	H	H	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃

Bảng 32



O NHCOR_G Công thức (G)

Các ví dụ về nhuộm	Các hợp chất	R _G
E14	G-1	-CH(C ₆ H ₁₃)C ₈ H ₁₇

Vải nhuộm polyetylen thu được trong các ví dụ về nhuộm E1 đến E14 và các ví dụ về nhuộm E18 đến E20 đã được đánh giá hiệu suất nhuộm, thử nghiệm độ bền ánh sáng, thử nghiệm độ bền giặt, thử nghiệm độ bền mồ hôi, và thử nghiệm độ bền cọ xát.

(1) Đánh giá hiệu suất nhuộm

Hiệu suất nhuộm được đánh giá dựa trên tổng giá trị K/S thu được bằng cách đo màu của vải nhuộm cũng như thông qua xác nhận trực quan về phần cặn thuốc nhuộm sau khi nhuộm. Màu của vải nhuộm được đo bằng máy quang phổ cầu tích hợp Color-Eye 5 (do GretagMacbeth LLC sản xuất) như sau: vải nhuộm được dán vào giấy trắng, và màu của nó được đo bằng cách sử dụng D65 làm nguồn sáng quan sát qua trường nhìn hai độ.

(2) Thử nghiệm độ bền ánh sáng

Thử nghiệm độ bền ánh sáng được thực hiện bằng phương pháp đèn hồ quang cacbon cực tím phù hợp với tiêu chuẩn JIS L0842: 2004. Tóm tắt phương pháp thử nghiệm như sau. Vải nhuộm được tiếp xúc với ánh sáng trong 20 giờ bằng máy đo độ phai màu tia cực tím U48 (do Suga Test Instruments Co., Ltd. sản xuất) trong điều kiện nhiệt độ của bảng màu đen được đặt ở $63\pm 3^{\circ}\text{C}$, và sau đó đánh giá sự thay đổi màu hoặc phai màu.

(3) Thử nghiệm độ bền giặt

Thử nghiệm độ bền giặt được thực hiện bằng phương pháp phù hợp với tiêu chuẩn JIS L0844: 2011 (A-2). Tóm tắt phương pháp thử nghiệm như sau. Vải nhuộm mà vải thử nghiệm nhiều sợi đã được gắn vào đó được giặt sạch ở $50\pm 2^{\circ}\text{C}$ với xà phòng trong 30 phút, và sau đó sự thay đổi màu hoặc phai màu, và độ nhiễm của một phần bông và một phần nylon của vải thử nghiệm nhiều sợi được đánh giá. Ngoài ra, độ nhiễm bẩn của chất lỏng còn lại sau khi giặt sạch cũng được đánh giá.

(4) Thử nghiệm độ bền mồ hôi

Thử nghiệm độ bền mồ hôi được thực hiện bằng phương pháp phù hợp với tiêu chuẩn JIS L0848: 2004. Tóm tắt phương pháp thử nghiệm như sau. Sau khi được ngâm trong dung dịch mồ hôi nhân tạo có tính axit hoặc dung dịch mồ hôi nhân tạo có tính kiềm trong 30 phút, vải nhuộm mà vải thử nghiệm nhiều sợi đã được gắn vào đó được giữ dưới tải trọng 12,5 kPa ở $37\pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 4 giờ, và sau đó được làm khô ở nhiệt độ thấp hơn hoặc bằng 60°C . Sau đó, sự thay đổi màu hoặc phai màu, và độ nhiễm bẩn của một phần bông và một phần nylon của vải thử nghiệm nhiều sợi được đánh giá.

(5) Thử nghiệm độ bền cọ xát

Thử nghiệm độ bền cọ xát được thực hiện bằng phương pháp phù hợp với tiêu chuẩn JIS L0849: 2013. Tóm tắt phương pháp thử nghiệm như sau. Vải bông khô hoặc vải bông ướt được cọ xát qua lại 100 lần với vải nhuộm bằng máy thử nghiệm độ bền cọ xát RT-300 (do DAIEI KAGAKU SEIKI MFG. CO., LTD. sản xuất) với tải trọng 2 N được đặt vào đó. Sau đó, nó được đánh giá nếu vải bông có màu.

Bảng 33 thể hiện kết quả đánh giá của các ví dụ về nhuộm sử dụng các hợp chất được đại diện bởi Công thức (A).

Bảng 33

Ví dụ về nhuộm		E1	E2	E3	E4	E18
Ví dụ tổng hợp		5	3	4	60	66
Hợp chất thuốc nhuộm		A-5	A-3	A-4	A-13	A-16
X _A		NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂	NO ₂
Y _A		Br	Br	Br	Br	Br
R _{A1}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇
R _{A2}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₆ H ₁₃	C ₈ H ₁₇
R _{A3}		CH ₃	C ₂ H ₅	Etyl-pentyl	CH ₃	C ₂ H ₅
R _{A4}		CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₄ H ₉
Hiệu suất nhuộm	Tổng K/S	36	25	Không được đánh giá	37	40
	Cận thuốc nhuộm	Không	Không	Không	Không	Không
Độ bền ánh sáng		4	3	5	3	3-4

Độ bền giặt	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5	5	5	5	4-5
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5	5	5	5	5
		Nylon	5	5	5	5	5
	Độ nhiễm bẩn chất lỏng còn lại		4	4	5	4	4-5
Độ bền mồ hôi (có tính axit)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5	5	5	5	5
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5	5	5	5	5
		Nylon	5	5	5	5	5
Độ bền mồ hôi (có tính kiềm)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5	5	5	5	5
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5	5	5	5	5
		Nylon	5	5	5	5	5
Độ bền cọ xát	Khô		5	5	5	5	4-5
	Uớt		4-5	4-5	4-5	4-5	5

Hiệu suất nhuộm của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (A) được mô tả như sau. Các hợp chất được sử dụng trong các ví dụ về nhuộm E1 đến E4 và ví dụ về nhuộm E18 trong đó R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon) có hiệu suất nhuộm thuận lợi.

Độ bền của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (A) được mô tả bên dưới. Các hợp chất trong đó X_A là nhóm nitro, Y_A là nguyên tử brom, và số lượng nguyên tử cacbon trong R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} lớn hơn có độ bền thuận lợi.

Bảng 34 thể hiện kết quả đánh giá của các ví dụ về nhuộm sử dụng các hợp

chất được đại diện bởi Công thức B.

Bảng 34

Ví dụ về nhuộm			E19
Ví dụ tổng hợp			48
Hợp chất thuốc nhuộm			B-10
R _{B1}			C ₈ H ₁₇
R _{B2}			C ₈ H ₁₇
R _{B3}			Etyl-pentyl
Hiệu suất nhuộm	Tổng K/S		23
	Cặn thuốc nhuộm		Không
Độ bền ánh sáng			5
Độ bền giặt	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5
		Nylon	5
	Độ nhiễm bẩn chất lỏng còn lại		5
Độ bền mồ hôi (có tính axit)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5
		Nylon	5
Độ bền mồ hôi (có tính kiềm)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5
		Nylon	5
Độ bền cọ xát	Khô		5
	Ướt		5

Hiệu suất nhuộm của các hợp chất được đại diện bởi Công thức B được mô tả như sau. Hợp chất được sử dụng trong Ví dụ về nhuộm E19 trong đó R_{B1}, R_{B2}, và R_{B3} là

các nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{B1} , R_{B2} , và R_{B3} đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon) có hiệu suất nhuộm thuận lợi.

Bảng 35 thể hiện kết quả đánh giá của các ví dụ về nhuộm sử dụng các hợp chất được đại diện bởi Công thức (C).

Bảng 35

Ví dụ về nhuộm		E5	E6	E7	E20	
Ví dụ tổng hợp		20	19	63	67	
Hợp chất thuốc nhuộm		C-4	C-3	C-18	C-19	
X _C		Cl	Cl	Cl	Cl	
Y _C		H	H	H	H	
R _{C1}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	
R _{C2}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	
R _{C3}		CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	
Hiệu suất nhuộm	Tổng K/S		23	34	26	35
	Cặn thuốc nhuộm		Không	Không	Không	Không
Độ bền ánh sáng			5-6	6	5	5-6
Độ bền giặt	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		4-5	4-5	4-5	4
	Độ nhiễm bẩn	Bông	4-5	5	5	5
		Nylon	5	5	5	5
	Độ nhiễm bẩn chất lỏng còn lại		3-4	4	3	4
Độ bền mồ hôi (có tính axit)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		4-5	4-5	5	4-5
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5	5	5	5

	bản	Nylon	5	5	5	5
Độ bền mồ hôi (có tính kiềm)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		4-5	4-5	5	4-5
	Độ nhiễm bản	Bông	5	5	5	5
		Nylon	5	5	5	5
Độ bền cọ xát	Khô		5	5	4-5	3-4
	Ướt		4-5	4-5	4	4

Hiệu suất nhuộm của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (C) được mô tả như sau. Các hợp chất được sử dụng trong các ví dụ về nhuộm E5 đến E7 và ví dụ về nhuộm E20 trong đó R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon), hoặc X_C và Y_C độc lập đại diện cho nguyên tử hydro hoặc nguyên tử halogen và R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon có hiệu suất nhuộm thuận lợi.

Độ bền của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (C) được mô tả bên dưới. Các hợp chất trong đó X_C là nguyên tử clo, Y_C là nguyên tử hydro, và số lượng nguyên tử cacbon trong R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} lớn hơn có độ bền thuận lợi.

Bảng 36 thể hiện kết quả đánh giá của các ví dụ về nhuộm sử dụng các hợp chất được đại diện bởi Công thức (D).

Bảng 36

Ví dụ về nhuộm		E8	E9	E10	E11	E12	E13
Ví dụ tổng hợp		24	31	30	64	65	49
Hợp chất thuốc		D-1	D-5	D-4	D-12	D-13	D-8

nhuộm							
X _D		Cl	Br	H	Cl	H	Cl
Y _D		Cl	Br	H	Cl	H	Cl
R _{D1}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	C ₂ H ₅
R _{D2}		C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	C ₆ H ₁₃	C ₆ H ₁₃	C ₂ H ₅
Hiệu suất nhuộm	Tổng K/S	22	23	24	26	23	17
	Cặn thuốc nhuộm	Không	Không	Không	Không	Không	Không
Độ bền ánh sáng		5	5-6	5	4	5	5
Độ bền giặt	Sự thay đổi màu hoặc phai màu	5	4-5	5	5	5	2
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5	5	5	5	5
		Nylon	5	5	4-5	5	3-4
	Độ nhiễm bẩn chất lỏng còn lại	4	3	3-4	4	3	1-2
Độ bền mồ hôi (có tính axit)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu	5	4-5	4-5	5	5	4
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5	5	5	5	5
		Nylon	5	5	5	5	4-5
Độ bền mồ hôi (có tính kiềm)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu	5	4-5	4-5	5	5	4
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5	5	5	5	5
		Nylon	5	5	5	5	4-5
Độ bền cọ xát	Khô	5	5	5	5	5	2
	Ướt	4-5	4-5	4	4-5	4	3

Hiệu suất nhuộm của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (D) được mô tả như sau. Các hợp chất được sử dụng trong các ví dụ về nhuộm E8 đến E12 trong đó R_{D1} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon và R_{D2} đại diện cho

nhóm có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon có CN làm nhóm thế (trong đó R_{D1} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon khi R_{D2} là nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon có CN làm nhóm thế) có hiệu suất nhuộm thuận lợi.

Tuy nhiên, hợp chất được sử dụng trong Ví dụ về nhuộm E13 trong đó cả R_{D1} và R_{D2} đều là các nhóm alkyl có 3 nguyên tử cacbon hoặc nhỏ hơn, là thuốc nhuộm phân tán được sử dụng để nhuộm sợi polyeste và loại tương tự thông thường, có hiệu suất nhuộm kém.

Độ bền của các hợp chất được đại diện bởi Công thức (D) được mô tả bên dưới. Các hợp chất trong đó cả X_D và Y_D đều là các nguyên tử clo hoặc cả X_D và Y_D đều là các nguyên tử brom hoặc cả X_D và Y_D đều là các nguyên tử hydro cũng như số lượng nguyên tử cacbon trong R_{D1} và R_{D2} lớn hơn có độ bền thuận lợi.

Bảng 37 thể hiện kết quả đánh giá của các ví dụ về nhuộm sử dụng các hợp chất được đại diện bởi Công thức (G).

Bảng 37

Ví dụ về nhuộm		E14
Ví dụ tổng hợp		27
Hợp chất thuốc nhuộm		G-1
R_G		Hexyl-nonyl
Hiệu suất nhuộm	Tổng K/S	19
	Cặn thuốc nhuộm	Không
Độ bền ánh sáng		6
Độ bền giặt	Sự thay đổi màu hoặc	5

	phai màu		
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5
		Nylon	5
	Độ nhiễm bẩn chất lỏng còn lại		4
Độ bền mồ hôi (có tính axit)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5
		Nylon	5
Độ bền mồ hôi (có tính kiềm)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5
		Nylon	5
Độ bền cọ xát	Khô		5
	Ướt		5

Hiệu suất nhuộm của hợp chất được đại diện bởi Công thức (G) được mô tả như sau. Hợp chất được sử dụng trong Ví dụ về nhuộm E14 trong đó R_G là nhóm alkyl có từ 7 đến 18 nguyên tử cacbon có hiệu suất nhuộm thuận lợi.

Độ bền của hợp chất được đại diện bởi Công thức (G) như sau. Hợp chất trong đó nhóm hydrocacbon R_G có 15 nguyên tử cacbon có độ bền thuận lợi.

Các ví dụ về nhuộm polyetylen khác

Các sợi polyetylen được nhuộm bằng kỹ thuật nhuộm cacbon đioxit siêu tới hạn sử dụng hỗn hợp của hai hoặc nhiều hợp chất thuốc nhuộm được liệt kê trong các Bảng 3 đến 9 hoặc các hợp chất thuốc nhuộm phân tán và các hợp chất tương tự được liệt kê trong các Bảng 3 đến 9 thường được sử dụng để nhuộm sợi polyeste và tương tự.

Các vải nhuộm thu được phải trải qua quá trình đánh giá hiệu suất nhuộm, thử nghiệm độ bền ánh sáng, thử nghiệm độ bền giặt, thử nghiệm độ bền mồ hôi, và thử nghiệm độ bền cọ xát theo cách tương tự như vải nhuộm polyetylen được mô tả trên đây được nhuộm bằng cách sử dụng một loại hợp chất thuốc nhuộm. Bảng 38 thể hiện kết quả đánh giá của việc nhuộm bằng cách sử dụng các thuốc nhuộm trên đây. Hiệu suất nhuộm được đánh giá dựa trên tổng giá trị K/S, giá trị L^* , giá trị a^* , và giá trị b^* thu được bằng cách đo màu của vải nhuộm cũng như thông qua xác nhận trực quan về phần cặn thuốc nhuộm sau khi nhuộm. Màu của vải nhuộm được đo bằng máy quang phổ cầu tích hợp Color-Eye 5 (do GretagMacbeth LLC sản xuất) như sau: vải nhuộm được dán vào giấy trắng, và màu của nó được đo bằng cách sử dụng D65 làm nguồn sáng quan sát qua trường nhìn hai độ.

Bảng 38

Ví dụ về nhuộm		E15	E16	E18
Hợp chất thuốc nhuộm	A-3		1,00% o.m.f.	2,00% o.m.f.
	A-5	1,00% o.m.f.		
	C-3	0,30% o.m.f.	0,30% o.m.f.	0,60% o.m.f.
	D-4	0,70% o.m.f.	0,70% o.m.f.	1,40% o.m.f.
Tổng hợp chất thuốc nhuộm		2,0% o.m.f.	2,0% o.m.f.	4,0% o.m.f.
Hiệu suất nhuộm	L^*	48,8	47,8	42,6
	a^*	4,6	3,0	5,2

	b*		-5,0	-6,3	-7,1
	Tổng K/S		68	74	97
	Cặn thuốc nhuộm		Không	Không	Không
Độ bền ánh sáng			5-6	5-6	5
Độ bền giặt	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5	5	5
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5	4-5	4-5
		Nylon	5	5	5
	Độ nhiễm bẩn chất lỏng		4	3-4	3-4
Độ bền mồ hôi (có tính axit)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5	5	5
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5	5	5
		Nylon	5	5	5
Độ bền mồ hôi (có tính kiềm)	Sự thay đổi màu hoặc phai màu		5	5	5
	Độ nhiễm bẩn	Bông	5	5	5
		Nylon	5	5	5
Độ bền cọ xát	Khô		4	4-5	2
	Ướt		3	4	3-4

Như được thể hiện tại Bảng 38, khi sử dụng hỗn hợp thuốc nhuộm màu da cam, thuốc nhuộm màu đỏ, thuốc nhuộm màu tím, và thuốc nhuộm màu xanh lam theo sáng chế thu được trong các ví dụ về thuốc nhuộm E15, E16, và E18, sẽ thu được các loại vải nhuộm màu đen đã được nhuộm tốt và có độ bền cao.

Mặc dù các phương án theo sáng chế đã được mô tả ở trên, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở các phương án trên, và sự kết hợp thích hợp giữa các dạng của các

phương án và các dạng được thể thích hợp cũng được bao gồm.

Cũng có thể thay đổi một cách thích hợp sự kết hợp của các phương án hoặc thứ tự của các bước và sửa đổi các phương án để thay đổi các thiết kế khác nhau và những thứ tương tự dựa trên kiến thức của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, và sáng chế cũng có thể bao gồm các phương án được sửa đổi như vậy.

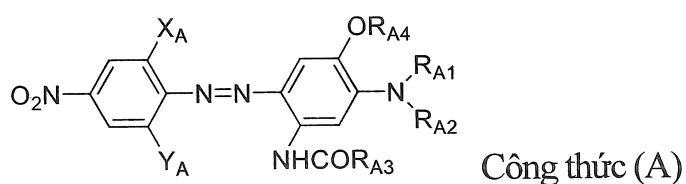
Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Sáng chế có thể được sử dụng để nhuộm sợi polyolefin được sử dụng cho các mặt hàng y phục như quần áo, đồ lót, mũ, bát tất, găng tay, và quần áo thể thao, các chất liệu nội thất xe cộ như chất liệu ghế ngồi, hàng nội thất như thảm, rèm cửa, chiếu, bọc ghế sofa và vỏ đệm, và những loại tương tự.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Thuốc nhuộm để nhuộm sợi polyolefin với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn, bao gồm ít nhất một hợp chất trong số các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A) đến (C) và (E) đến (F) bên dưới:

[Công thức hóa học 226]



trong đó, trong Công thức (A),

X_A đại diện cho nhóm nitro,

Y_A đại diện cho nguyên tử halogen,

R_{A1} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon,

R_{A2} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và

R_{A3} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon), và

R_{A4} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon hoặc

X_A đại diện cho nhóm nitro,

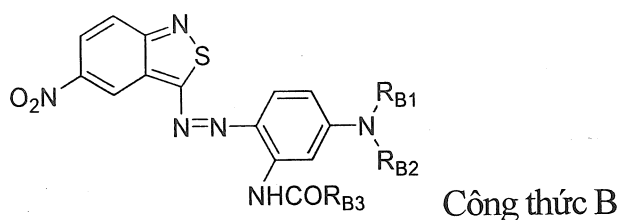
Y_A đại diện cho nguyên tử halogen,

R_{A1} và R_{A3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon,

R_{A2} đại diện cho nhóm alkyl có từ 6 đến 14 nguyên tử cacbon, và

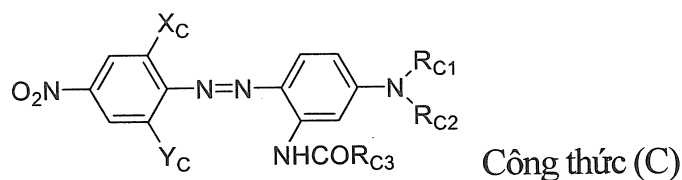
R_{A4} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon;

[Công thức hóa học 227]



trong đó, trong Công thức B, R_{B1} , R_{B2} , và R_{B3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{B1} và R_{B2} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon);

[Công thức hóa học 228]

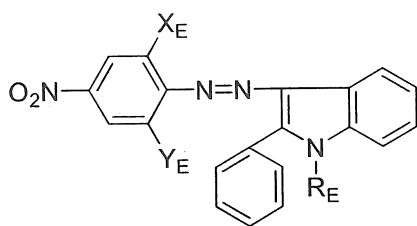


trong đó, trong Công thức (C),

X_C và Y_C đại diện cho bất kỳ sự kết hợp nào của nguyên tử hydro và nguyên tử halogen, sự kết hợp của nguyên tử halogen và nhóm nitro, sự kết hợp của nguyên tử halogen và nhóm xiano, sự kết hợp của nhóm xiano và nhóm xiano, sự kết hợp của nhóm nitro và nhóm xiano, và sự kết hợp của nguyên tử hydro và nguyên tử hydro, và

R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{C1} và R_{C2} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon);

[Công thức hóa học 229]

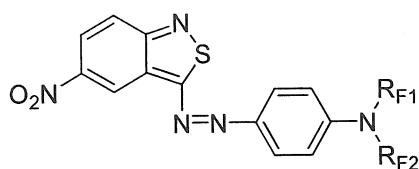


Công thức (E)

trong đó, trong Công thức (E), X_E và Y_E độc lập đại diện cho nguyên tử halogen, và

R_E đại diện cho nhóm alkyl có từ 8 đến 18 nguyên tử cacbon;

[Công thức hóa học 230]

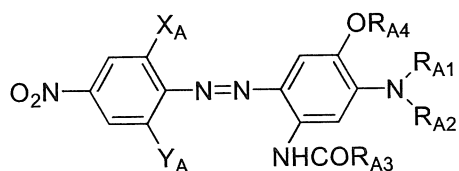


Công thức (F)

trong đó, trong Công thức (F), R_{F1} và R_{F2} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon.

2. Thuốc nhuộm để nhuộm sợi polyolefin với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn, bao gồm ít nhất ba hợp chất trong số các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A) đến (G) bên dưới, trong đó thuốc nhuộm là thuốc nhuộm màu đen:

[Công thức hóa học 231]



Công thức (A)

trong đó, trong Công thức (A),

X_A đại diện cho nhóm nitro,

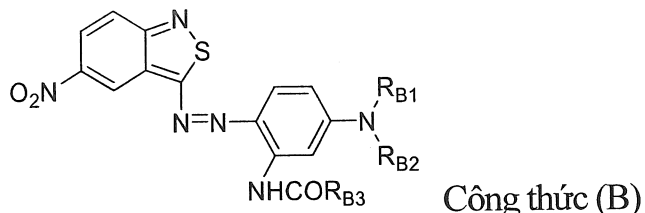
Y_A đại diện cho nguyên tử halogen,

R_{A1} , R_{A2} và R_{A3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử

cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{A1} , R_{A2} , và R_{A3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon), và

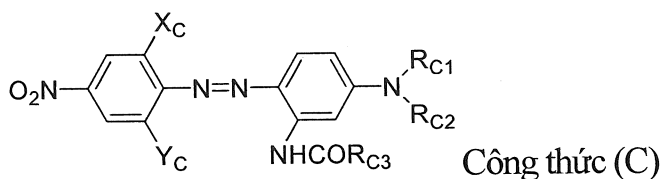
R_{A4} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon;

[Công thức hóa học 232]



trong đó, trong Công thức B, R_{B1} , R_{B2} , và R_{B3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{B1} và R_{B2} và R_{B3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon);

[Công thức hóa học 233]

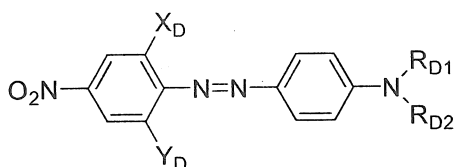


trong đó, trong Công thức (C),

X_C và Y_C đại diện cho bất kỳ sự kết hợp nào của nguyên tử hydro và nguyên tử halogen, sự kết hợp của nguyên tử halogen và nhóm nitro, sự kết hợp của nguyên tử halogen và nhóm xyano, sự kết hợp của nhóm xyano và nhóm xyano, sự kết hợp của nhóm nitro và nhóm xyano, và sự kết hợp của nguyên tử hydro và nguyên tử hydro, và

R_{C1} , R_{C2} , và R_{C3} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon (trong đó ít nhất một trong số R_{C1} và R_{C2} và R_{C3} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon);

[Công thức hóa học 234]



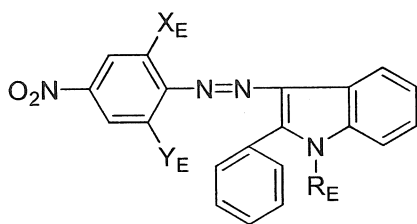
Công thức (D)

trong đó, trong Công thức (D), X_D và Y_D độc lập đại diện cho nguyên tử hydro, nguyên tử halogen, hoặc nhóm xyano,

R_{D1} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon, và

R_{D2} đại diện cho nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl có từ 1 đến 14 nguyên tử cacbon được thế bằng CN (trong đó ít nhất một trong số R_{D1} và R_{D2} là nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon);

[Công thức hóa học 235]

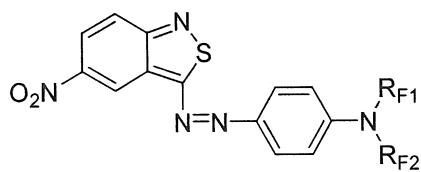


Công thức (E)

trong đó, trong Công thức (E), X_E và Y_E độc lập đại diện cho nguyên tử halogen, và

R_E đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 18 nguyên tử cacbon;

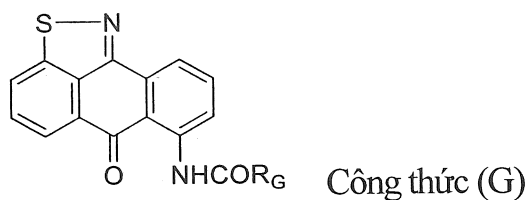
[Công thức hóa học 236]



Công thức (F)

trong đó, trong Công thức (F), R_{F1} và R_{F2} độc lập đại diện cho nhóm alkyl có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon; và

[Công thức hóa học 237]



trong đó, trong Công thức (G), R_G đại diện cho nhóm alkyl có từ 7 đến 18 nguyên tử cacbon.

3. Thuốc nhuộm theo điểm 2,

trong đó thuốc nhuộm là thuốc nhuộm màu đen bao gồm:

ít nhất một trong số hợp chất thuốc nhuộm màu tím hoặc xanh lam bao gồm một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A), các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (B), các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C), và các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (F);

hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ bao gồm một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C) và các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D); và

ít nhất một trong số hợp chất thuốc nhuộm màu vàng hoặc da cam bao gồm một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D), các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (E), và các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (G).

4. Thuốc nhuộm theo điểm 2 hoặc 3,

trong đó thuốc nhuộm là thuốc nhuộm màu đen bao gồm:

ít nhất một trong số hợp chất thuốc nhuộm màu tím hoặc xanh lam bao gồm

một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A), các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (B), và các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (F);

hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ là hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C); và

hợp chất thuốc nhuộm màu da cam bao gồm một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D) và các hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (E).

5. Thuốc nhuộm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 4, bao gồm:

hợp chất thuốc nhuộm màu xanh lam là hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (A);

hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ là hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (C); và

hợp chất thuốc nhuộm màu da cam là hợp chất được đại diện bởi Công thức chung (D).

6. Thuốc nhuộm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 3 đến 5, bao gồm:

hợp chất thuốc nhuộm màu tím hoặc xanh lam với lượng từ 30 đến 70 % khối lượng;

hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ với lượng từ 5 đến 25 % khối lượng; và

hợp chất thuốc nhuộm màu vàng hoặc da cam với lượng từ 15 đến 55 % khối lượng.

7. Thuốc nhuộm theo điểm 6, bao gồm:

hợp chất thuốc nhuộm màu tím hoặc xanh lam với lượng từ 40 đến 60 % khối lượng;

hợp chất thuốc nhuộm màu đỏ với lượng từ 5 đến 25 % khối lượng; và

hợp chất thuốc nhuộm màu vàng hoặc da cam với lượng từ 25 đến 45 % khối lượng.

8. Phương pháp nhuộm để nhuộm sợi polyolefin với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn, bao gồm bước nhuộm để nhuộm sợi polyolefin bằng cách sử dụng thuốc nhuộm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7 với sự có mặt của cacbon đioxit siêu tới hạn.

9. Phương pháp nhuộm theo điểm 8, trong đó bước nhuộm được thực hiện ở nhiệt độ 31°C hoặc cao hơn và áp suất là 7,4 MPa hoặc lớn hơn.

10. Phương pháp nhuộm theo điểm 8 hoặc 9, trong đó nồng độ thuốc nhuộm tương ứng với sợi nằm trong phạm vi từ 0,1 đến 6,0 % o.m.f. (trên khối lượng sợi).

11. Phương pháp nhuộm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 10, trong đó sợi polyolefin là sợi nhựa polypropylen.

12. Phương pháp nhuộm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 10, trong đó sợi polyolefin là sợi nhựa polyetylen.

13. Sợi polyolefin được nhuộm bằng phương pháp nhuộm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 12.

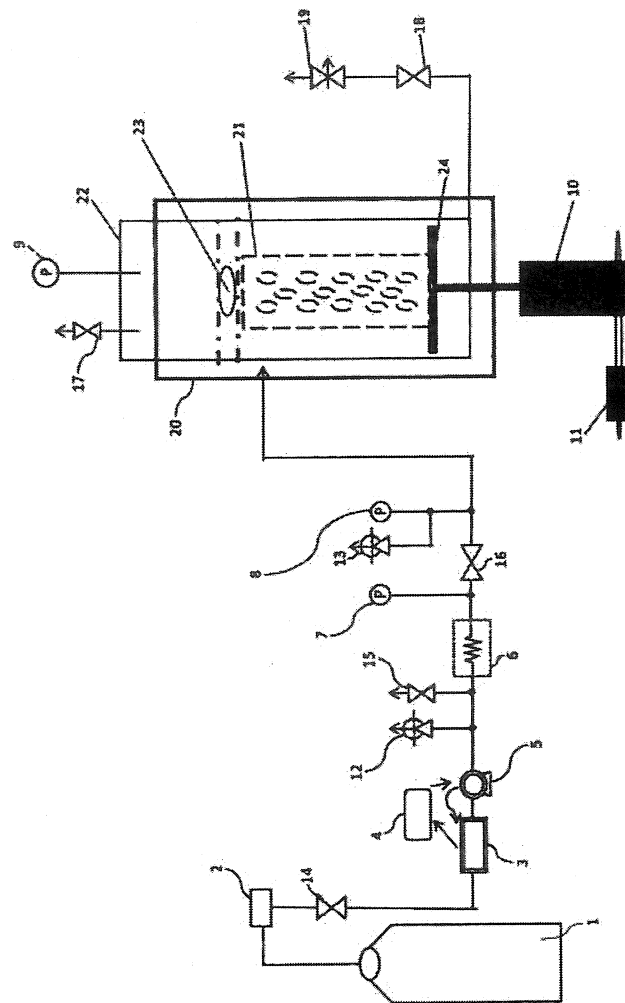


FIG. 1