



(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) 
1-0021058

(51)⁷ C07D 213/24, C09B 1/52

(13) B

(21) 1-2015-00933

(22) 17.10.2013

(86) PCT/EP2013/003120 17.10.2013

(87) WO2014/060103 24.04.2014

(30) 102012021081.7 20.10.2012 DE

(45) 25.06.2019 375

(43) 25.09.2015 330

(73) Clariant International Ltd. (CH)

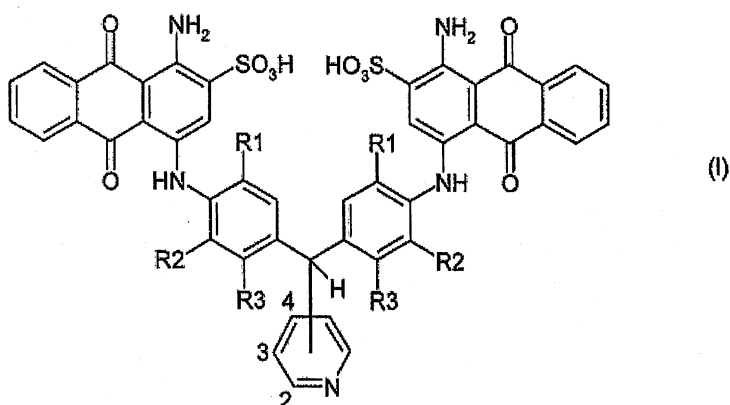
Rothausstrasse 61, CH-4132 Muttenz, Switzerland

(72) GISLER, Markus (CH)

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) THUỐC NHUỘM ANTRAQUINON ANION ĐIME VÀ PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ CHÚNG

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



trong đó, R1, R2 và R3 độc lập là hydro, C₁₋₄alkyl hoặc C₁₋₄alkyloxy.

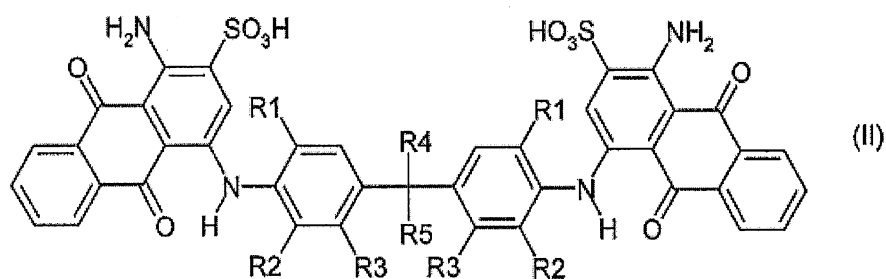
Các hợp chất có công thức (I) là hữu dụng để nhuộm và in các polyamit tự nhiên hoặc tổng hợp.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến thuốc nhuộm antraquinon anion đime và phương pháp điều chế chúng. Các thuốc nhuộm này là hữu dụng để nhuộm các chất nền hữu cơ, như polyamit và polyuretan tự nhiên hoặc tổng hợp.

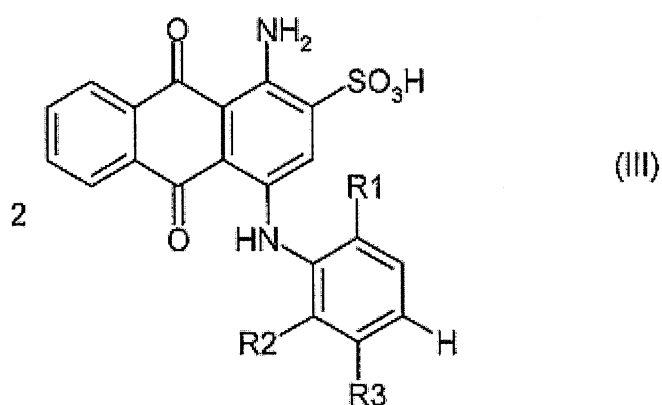
Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thuốc nhuộm antraquinon anion đime có cầu metylen có công thức cấu trúc (II)



là các dẫn xuất của C.I. Acid Blue 127:1, C.I. 61133 (công thức (II), R1, R2, R3, R4, R5 = H).

So với các tiền chất monome tinh khiết một phần của chúng có công thức (III),



các hệ kép có công thức (II) thấm đọng tốt hơn trên sợi polyamit, nhưng việc nhuộm bằng chúng cho màu sắc tối hơn nhiều và xanh lục hơn.

US 2913465A bộc lộ thuốc nhuộm bisantraquinon có cầu. Có một cầu nối giữa hai vòng 4-amino anthraquinon trong thuốc nhuộm này.

FR 2197937 A1 bộc lộ rằng một số thuốc nhuộm trên cơ sở bộ khung bisantraquinon có các mạch cầu thay thế (một số cũng chứa gốc diphenyl) mà không ảnh hưởng đến các ứng dụng công nghệ của các hợp chất này.

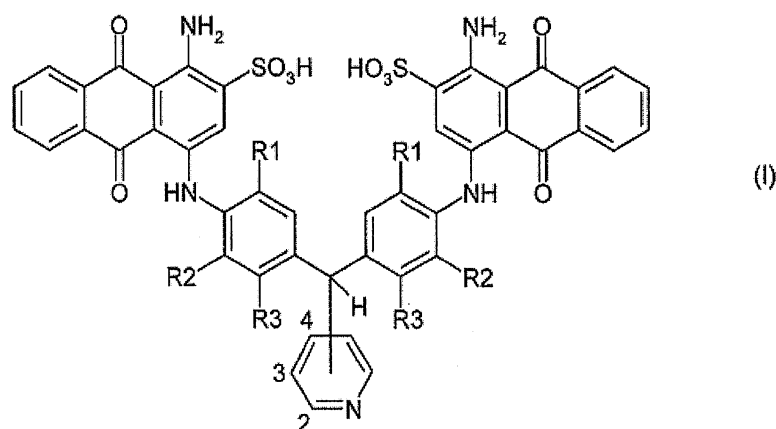
Cả hai tài liệu US 2913465A và FR 2197937 A1 đều không bộc lộ các thuốc nhuộm antraquinon anion dime mà thể hiện màu sắc đẹp và sáng để nhuộm, cũng như khả năng thấm động tốt, đều trên sợi, mặc dù được chập đôi.

Ngạc nhiên là, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng các thuốc nhuộm mới theo sáng chế, có công thức I (có gốc pyridyl được gắn vào nguyên tử cacbon tạo cầu và có một nguyên tử hydro) vẫn thể hiện màu sắc rõ nét và sáng để nhuộm, cũng như khả năng thấm động tốt, đều trên sợi, mặc dù được chập đôi.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế được tạo ra khi xem xét các nhược điểm đã mô tả ở trên của thuốc nhuộm thông thường, và nhằm mục đích tạo ra thuốc nhuộm thể hiện màu sắc rõ nét và sáng để nhuộm, cũng như khả năng thấm động tốt, đều trên sợi, mặc dù được chập đôi.

Sáng chế đề xuất hợp chất có công thức (I):



ở dạng axit tự do, ở dạng muối hoặc ở dạng hỗn hợp muối, trong đó:

mỗi R1, R2 và R3 độc lập là hydro, C₁₋₄alkyl hoặc C₁₋₄alkyloxy.

Tốt hơn là, các gốc C₁₋₄alkyl và C₁₋₄alkoxy đã nêu là không được thế và không phân nhánh.

Tốt hơn là, mỗi R1 và R2 là metyl, etyl và metoxy, tốt hơn nữa là metyl và metoxy.

Tốt hơn là, R3 là hydro hoặc metyl, tốt hơn nữa là hydro.

Trong các hợp chất được ưu tiên có công thức (I), vòng pyridin gắn vào phân tử thuốc nhuộm ở vị trí 4.

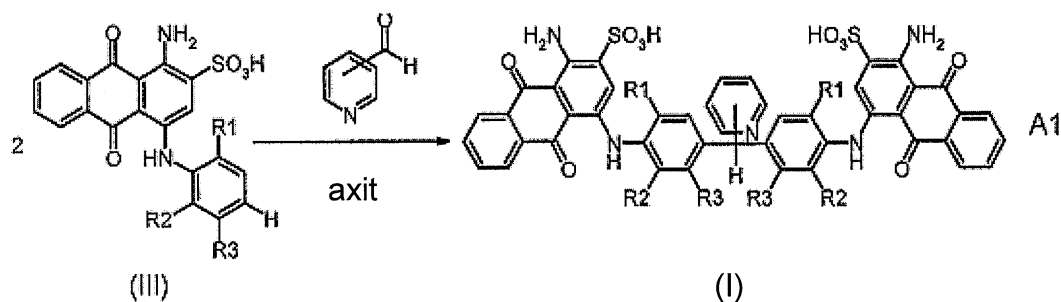
Trong các hợp chất được ưu tiên một cách đặc biệt có công thức (I), vòng pyridin được thế ở vị trí 4 và

mỗi R1 và R2 là metyl hoặc metoxy, đặc biệt là metyl, và

R3 là hydro.

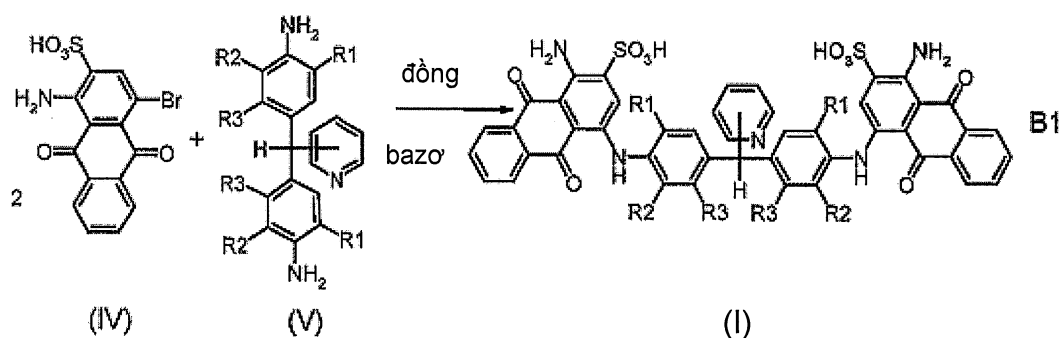
Sáng chế cũng đề xuất phương pháp điều chế hợp chất có công thức (I). Hợp chất có công thức (I) theo sáng chế có thể thu được trong các điều kiện đã biết từ

- phản ứng ngưng tụ được xúc tác bởi axit từ các tiền chất monome của chúng có công thức (III), và pyridin carbaldehyt (phản ứng A1)

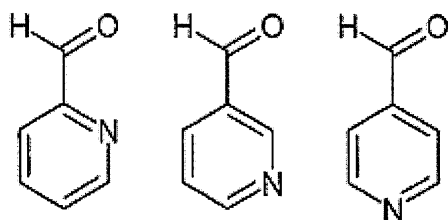


- hoặc phản ứng Ullmann được xúc tác đồng kép từ axit 1-amino-4-bromoantraquinon-2-sulfonic (axit bromaminic, công thức (IV), CAS số [116-81-4] và các dẫn xuất 4,4'-điaminodiphenylmetan, có công thức (V) (phản ứng B1). Phản ứng tổng hợp thuộc loại

này, được thực hiện trong dung dịch rượu trong nước, được mô tả trong tài liệu patent US-2156887 chẳng hạn.



Phản ứng được xúc tác bởi axit (phản ứng A1) của hai phân tử có công thức (III) với một đương lượng pyridincarbaldêhyt



là phương pháp được ưu tiên.

Phản ứng này có thể được xúc tác bằng cách sử dụng axit protic hoặc Lewis, nhưng tốt hơn là sử dụng axit sulfuric loãng cho phản ứng này. Đặc biệt tốt hơn nếu thực hiện phản ứng trong axit sulfuric với lượng nằm trong khoảng từ 60 đến 80% trọng lượng. Phản ứng có thể được thực hiện trong khoảng nhiệt độ từ 10°C đến 100°C, trong trường hợp đó tiền chất anthraquinon monome có công thức (III) tốt hơn là được tạo huyền phù trong axit sulfuric ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 30°C và huyền phù này được gia nhiệt đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 70°C sau khi pyridincarbaldêhyt được bổ sung vào.

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

do thành muối hoặc thành hỗn hợp muối hoặc ngược lại hoặc từ một dạng muối thành dạng muối khác. Nếu muốn, thuốc nhuộm còn có thể được tinh chế bằng lọc thẩm tách, trong trường hợp đó muối không mong muốn và sản phẩm phụ tổng hợp được tách ra từ thuốc nhuộm anion thô.

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

Thuốc nhuộm có công thức (I) và muối của chúng đặc biệt thích hợp để nhuộm hoặc in vật liệu dạng sợi gồm có hoặc chứa polyamit tự nhiên hoặc tổng hợp có ánh màu xanh da trời sáng. Thuốc nhuộm có công thức (I) và muối của chúng là thích hợp để sản xuất mực in phun và để sử dụng các mực in phun này để in vật liệu dạng sợi mà chứa polyamit tự nhiên hoặc tổng hợp hoặc xenluloza (giấy, chẳng hạn).

Bản mô tả bộc lộ việc sử dụng thuốc nhuộm có công thức (I), muối của chúng và hỗn hợp để nhuộm và/hoặc in vật liệu dạng sợi chứa polyamit tự nhiên hoặc tổng hợp. Thuốc nhuộm này là hữu hiệu để sản xuất mực in phun và in vật liệu dạng sợi chứa polyamit tự nhiên hoặc tổng hợp.

Mô tả chi tiết sáng chế

Việc nhuộm được thực hiện theo các quy trình hiện có, ví dụ các quy trình nhuộm được mô tả trong ấn phẩm: Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, 4th edition, 1982, volume 22, pages 658-673 hoặc trong ấn phẩm: M. Peter and H.K. Rouette, Grundlagen der Textilveredlung, 13th edition, 1989, pages 535-556 and 566-574. Việc nhuộm trong quy trình tận trích ở nhiệt độ từ 30 đến 140°C là được ưu tiên, tốt hơn nữa là ở nhiệt độ từ 80 đến 120°C và tốt nhất là ở nhiệt độ từ 80 đến 100°C, và ở tỷ lệ dịch lỏng từ 3:1 đến 40:1.

Nền được nhuộm có thể có mặt ở dạng sợi dệt, vải dệt thoi, vải dệt kim uốn vòng hoặc thảm, chẳng hạn. Việc nhuộm theo cách hoàn toàn thời trang có thể thực

hiện thậm chí là hoàn hảo trên các nền tinh xảo, ví dụ về các nền này là lông cừu non, len casomia, lông alpaca và vải ni angora. Thuốc nhuộm theo sáng chế là đặc biệt hữu ích để nhuộm các sợi có trị số đơn vị nhỏ (vì sợi).

Thuốc nhuộm theo sáng chế và các muối của chúng là cực kỳ tương thích với các thuốc nhuộm axit đã biết. Do đó, thuốc nhuộm có công thức (I), muối của chúng hoặc hỗn hợp của chúng có thể được sử dụng một mình trong quy trình nhuộm hoặc in hoặc sử dụng ở dạng hợp phần trong chế phẩm nhuộm hoặc in với ánh màu phối hợp cùng với các thuốc nhuộm axit khác thuộc cùng nhóm, nghĩa là với thuốc nhuộm axit có các đặc tính nhuộm tương đương, ví dụ các đặc tính bền và tỷ lệ tận trích từ bề nhuộm lên nền. Thuốc nhuộm theo sáng chế có thể được sử dụng cụ thể là cùng với một số thuốc nhuộm khác có nhóm mang màu thích hợp: việc nhuộm của thuốc nhuộm theo sáng chế có thể được tạo ánh với thuốc nhuộm màu xanh lục nhạt thích hợp, ví dụ C.I. Acid Blue 127:1, hoặc thuốc nhuộm xanh anion, ví dụ C.I. Acid Green 40.

Khi kết hợp với thuốc nhuộm màu vàng anion thích hợp, ví dụ vàng axit C.I. 236, hoặc thuốc nhuộm xanh lục tươi, ví dụ C.I. Acid Green 81, có thể nhuộm thành màu xanh lá cây tươi.

Việc nhuộm từ màu tím hơi xanh tươi thành màu tím đạt được khi kết hợp với thuốc nhuộm từ đỏ đến tím, ví dụ C.I. Acid Violet 54 hoặc C.I. Acid Violet 48.

Tỷ lệ trong đó thuốc nhuộm có mặt trong chế phẩm nhuộm hoặc in với ánh màu tổ hợp phụ thuộc vào màu sắc mong muốn thu được.

Các thuốc nhuộm mới có công thức (I), như được nêu trên đây, là rất hữu ích để nhuộm các polyamit tự nhiên và tổng hợp, nghĩa là len, tơ và tất cả các loại ni lông, mà việc nhuộm màu cực tươi có độ bền cao, cụ thể là độ bền sáng tốt và độ bền ướt tốt (giặt, mồ hôi kiềm) là đạt được trên mỗi loại trong số chúng. Thuốc nhuộm có công thức (I) và các muối của chúng có tỷ lệ tận trích ở mức cao. Khả năng thấm đống của thuốc nhuộm có công thức (I) và muối của chúng cũng rất tốt. Việc nhuộm trên tông màu trên các chất nền được kể đến có chất lượng vượt trội. Tất cả các thuốc nhuộm

cũng có màu sắc không đổi dưới ánh sáng nhân tạo. Độ bền đối với chung hấp và đun sôi cũng tốt.

Một lợi ích tiên quyết của thuốc nhuộm mới là ở chỗ chúng không chứa kim loại và phân phối thuốc nhuộm rất đồng đều.

Hợp chất theo sáng chế có thể được sử dụng ở dạng thuốc nhuộm đơn lẻ hoặc ngoài ra, do khả năng tương thích tốt của chúng, ở dạng thành phần tổ hợp với các thuốc nhuộm khác thuộc cùng nhóm có các đặc tính nhuộm tương đương, ví dụ độ bền chung, trị số tận trích. Các sản phẩm nhuộm với ánh màu phối hợp thu được có độ bền tương tự với sản phẩm nhuộm bằng thuốc nhuộm đơn lẻ.

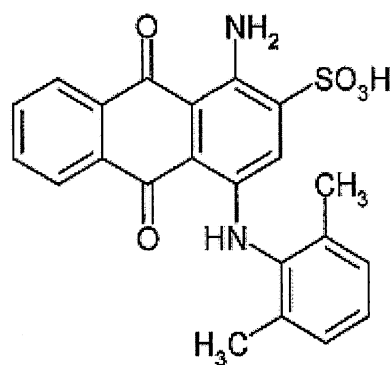
Ví dụ thực hiện sáng chế

Trong phần ví dụ sau đây, các phần và tỷ lệ phần trăm là tính theo trọng lượng và nhiệt độ được báo cáo theo độ bách phân.

Ví dụ điều chế 1a

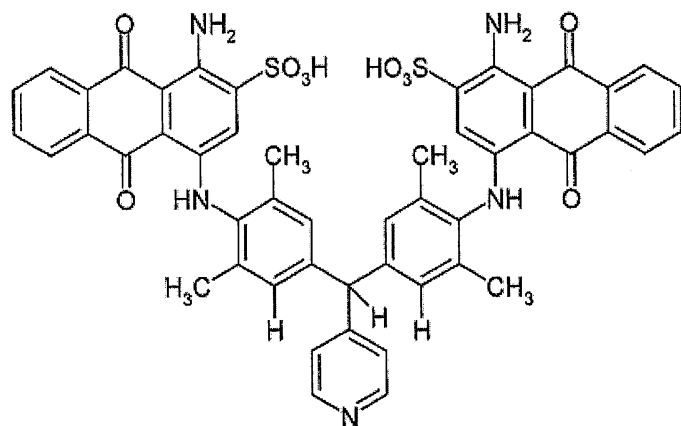
Tạo huyền phù 191 phần axit 1-amino-4-bromoantraquinon-2-sulfonic trong hỗn hợp gồm 800 phần nước và 400 phần etanol. Thêm 10 phần 15% dung dịch natri cacbonat vào để điều chỉnh huyền phù đến 9,5. Đưa 140 phần 2,6-xylydin và ngoài ra 2 phần đồng bronz vào trong hỗn hợp phản ứng. Gia nhiệt hỗn hợp phản ứng đến 70°C và khuấy ở 70°C trong 16 giờ. Sau đó, nhiệt độ bể gia nhiệt được tăng đến từ 110 đến 115°C và rượu được chưng cất. Nhiệt độ của bể gia nhiệt được tăng đến từ 145 đến 150°C.

Chưng cất hỗn hợp phản ứng lại một lần nữa. Thêm nhỏ giọt từ từ tổng cộng 1350 phần nước vào hỗn hợp phản ứng trong khoảng thời gian 4 giờ trong khi gom cùng lượng phần chưng cất. Sau đó, lọc bỏ hỗn hợp phản ứng. Làm khô ở 60°C trong chân không và nghiền thu được 190 phần bột màu tím hơi xanh mà có công thức (1a), số đăng ký CAS [50408-06-05].

(1a)
[50408-06-5]

Ví dụ điều chế 1b

Đưa 190 phần bột thuốc nhuộm thu được trong ví dụ điều chế 1a vào 1240 phần axit sulfuric 80% ở nhiệt độ trong phòng, tiếp theo khuấy. Sau đó, thêm 25,3 phần pyridin-4-carbaldehyt, số đăng ký CAS [872-85-5] vào và gia nhiệt hỗn hợp phản ứng đến 60°C trong thời gian một giờ. Sau khoảng 90 phút khuấy ở 60°C, phản ứng xảy ra gần như hoàn toàn. Bơm hỗn hợp phản ứng vào 2700 phần nước ở 65°C trong khoảng thời gian 30 phút. Huyền phù màu xanh đậm được lọc nóng. Làm khô ở 60°C trong chân không và nghiền thu được 230 phần bột màu tím hơi xanh có công thức (1b).



(1b)

Ví dụ điều chế 1c

Đưa một nửa thứ nhất (95 phần) bột thuốc nhuộm thu được trong ví dụ điều chế 1a vào trong 1240 phần axit sulfuric 80% ở nhiệt độ trong phòng, trước khi khuấy trong 1 giờ. Sau đó, thêm 25,3 phần pyridin-4-carbaldehyt, số đăng ký CAS [872-85-5] vào, tiếp theo khuấy trong một giờ nữa. Sau khi thêm một nửa thứ hai (95 phần) bột thuốc nhuộm thu được trong ví dụ 1a, gia nhiệt hỗn hợp phản ứng đến 60°C

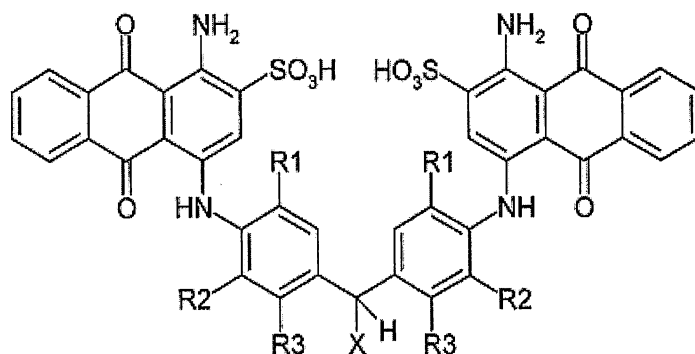
trong khoảng thời gian một giờ. Sau khoảng 90 phút khuấy ở 60°C, phản ứng xảy ra gần như hoàn toàn. Bơm hỗn hợp phản ứng vào 2700 phần nước ở 65°C trong khoảng thời gian 30 phút. Huyền phù màu xanh đậm này được lọc nóng. Làm khô ở 60°C trong chân không và nghiền thu được 235 phần bột màu tím hơi xanh. Thuốc nhuộm này cũng có công thức 1b.

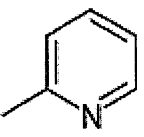
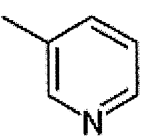
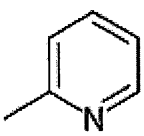
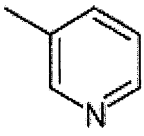
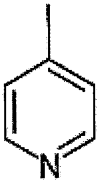
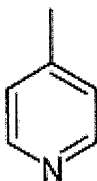
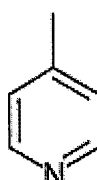
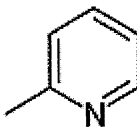
Thuốc nhuộm có công thức 1b nhuộm polyamit hoặc len với ánh màu xanh rất sáng có độ bền sáng và độ bền ướt tốt và sự thấm động tốt. Bước sóng hấp thụ tối đa trong UV/VIS là 585 và 626nm.

Ví dụ điều chế 2-3

Bảng sau đây chứa thuốc nhuộm được điều chế theo phương pháp tương tự với phương pháp được mô tả trong ví dụ điều chế 1 bằng cách sử dụng các nguyên liệu ban đầu tương ứng. Các thuốc nhuộm này tạo ra sản phẩm nhuộm xanh trên sợi polyamit và len có độ bền sáng và độ bền ướt rất tốt. (Me là metyl, Et là etyl, -OMe là metoxy.)

Ví dụ điều chế 2-9



Ví dụ điều chế	R1	R2	R3	X	$\lambda_{\max}$ [nm]
2	Me	Me	H		584/626
3	Me	Me	H		583/625
4	H	H	H		627
5	H	H	H		628
6	H	H	H		628
7	Me	Et	H		584/626
8	OMe	Me	H		585/628
9	OMe	H	Me		628

Ví dụ sử dụng A

Bể nhuộm ở 40°C, gồm có 2000 phần nước, 1 phần chất làm đều màu hoạt tính cation yếu mà được tạo thành chủ yếu từ amit của axit béo aminopropyl được etoxyl hoá và có ái lực đối với thuốc nhuộm, 0,25 phần thuốc nhuộm có công thức 1b từ ví dụ điều chế 1b và 1c và điều chỉnh đến độ pH=5 bằng từ 1 đến 2 phần axit axetic 40% trong nước, được cho 100 phần vải dệt thoi nylon-6 vào. Sau 10 phút ở 40°C, gia nhiệt bể nhuộm đến 98°C ở tốc độ 1°C/phút và sau đó để sôi trong từ 45 đến 60 phút. Sau đó, làm mát đến 70°C trong khoảng thời gian 15 phút. Lấy sản phẩm nhuộm ra khỏi bể, giặt bằng nước nóng và sau đó bằng nước lạnh và làm khô. Kết quả thu được là sản phẩm nhuộm polyamit có màu xanh tươi có độ bền sáng và độ bền ướt tốt và thể hiện sự thấm đọng tốt.

Ví dụ sử dụng A được lặp lại với thuốc nhuộm của ví dụ điều chế 2-9 với tác dụng tương tự khi xét đến sự đều màu, độ bền sáng và độ bền ướt và sự thấm đọng.

Ví dụ sử dụng B

Bể nhuộm ở 40°C, gồm có 2000 phần nước, 1 phần chất làm đều màu hoạt tính cation yếu được tạo thành chủ yếu từ amit của axit béo aminopropyl được etoxyl hoá và mà có ái lực đối với thuốc nhuộm, 0,3 phần thuốc nhuộm từ ví dụ điều chế 1 và điều chỉnh đến độ pH=5,5 bằng từ 1 đến 2 phần axit axetic 40% trong nước, được cho 100 phần vải dệt thoi nylon-6,6 vào. Sau 10 phút ở 40°C, gia nhiệt bể nhuộm đến 120°C ở tốc độ 1,5°C/phút và sau đó để ở 120°C trong từ 15 đến 25 phút. Sau đó, làm mát đến 70°C trong khoảng thời gian 25 phút. Lấy sản phẩm nhuộm ra khỏi bể, giặt bằng nước nóng và sau đó bằng nước mát và làm khô. Kết quả thu được là sản phẩm nhuộm polyamit màu xanh tươi có độ bền sáng và độ bền ướt tốt và thể hiện sự thấm đọng tốt.

Ví dụ sử dụng B được lặp lại với thuốc nhuộm của ví dụ điều chế 2-9 có tác dụng tương tự về sự đều màu, độ bền sáng và độ bền ướt và sự thấm đọng.

Ví dụ sử dụng C

Bể nhuộm ở 40°C, gồm có 4000 phần nước, 1 phần chất làm đều màu lưỡng tính mà được tạo thành chủ yếu từ amit của axit béo được sulfat hoá, etoxyl hoá và có ái lực yếu đối với thuốc nhuộm, 0,4 phần thuốc nhuộm có công thức 1b từ ví dụ điều chế 1 và điều chỉnh đến độ pH=5 bằng từ 1 đến 2 phần axit axetic 40% trong nước, được cho 100 phần vải dệt len thoi. Sau 10 phút ở 40°C, gia nhiệt bể nhuộm đến sôi ở tốc độ 1°C/phút và sau đó để sôi trong từ 40 đến 60 phút. Sau đó, làm mát đến 70°C trong khoảng thời gian 20 phút. Lấy sản phẩm nhuộm ra khỏi bể, giặt bằng nước nóng và sau đó bằng nước mát và làm khô. Kết quả thu được là sản phẩm nhuộm len màu xanh tươi có độ bền sáng và độ bền ướt tốt và thể hiện sự thấm đọng tốt.

Ví dụ sử dụng C được lặp lại với thuốc nhuộm của ví dụ điều chế 2-9 có tác dụng tương tự về sự đều màu, độ bền sáng và độ bền ướt và sự thấm đọng.

Ví dụ sử dụng D

100 phần vật liệu dệt nylon-6 được ngâm nhuộm với dịch lỏng 50°C gồm có:

- 40 phần thuốc nhuộm của ví dụ điều chế 1,
- 100 phần ure,
- 20 phần chất hoà tan không ion được tạo thành chủ yếu từ butyldiglycol, từ 15 đến 20 phần axit axetic (để điều chỉnh độ pH đến 4),
- 10 phần chất làm đều màu hoạt tính cation yếu mà được tạo thành chủ yếu từ amit của axit béo aminopropyl được etoxyl hoá và có ái lực đối với thuốc nhuộm, và

từ 810 đến 815 phần nước (để tạo ra 1000 phần dịch lỏng đậm).

Do đó, vật liệu đã ngâm được cán và để cho ngâm trong buồng hơi nước trong điều kiện hơi nước bão hoà ở từ 85 đến 98°C trong từ 3 đến 6 giờ để cố định màu. Sau đó, giặt sản phẩm nhuộm bằng nước nóng và nước mát và làm khô. Kết quả thu được là sản phẩm nhuộm polyamit có màu xanh tươi có sự đều màu tốt, độ bền sáng và độ bền ướt tốt và sự thấm đọng tốt.

Ví dụ sử dụng D được lặp lại với thuốc nhuộm của ví dụ điều chế 2-9 có tác dụng tương tự về sự đều màu, độ bền sáng và độ bền ướt và sự thấm đọng.

Ví dụ sử dụng E

Vật liệu dệt dạng tấm xếp chồng được cắt chứa nylon-6 và có kết cấu tổng hợp được ngâm nhuộm bằng dịch lỏng chứa các thành phần sau trên 1000 phần:

- 1 phần thuốc nhuộm của ví dụ điều chế 1,
- 4 phần chất gây lắng có bán sẵn trên thị trường được tạo thành chủ yếu từ bột ete carob,
- 2 phần sản phẩm cộng etylen oxit không ion của alkylphenol bậc cao,
- 1 phần 60% axit axetic trong nước.

Sau đó in bằng bột nhão mà chứa các thành phần sau đây trên 1000 phần:

- 20 phần alkylamin béo được alkoxyl hoá có bán sẵn trên thị trường (sản phẩm thay thế),
- 20 phần chất gây lắng có bán sẵn trên thị trường được tạo thành chủ yếu từ bột ete carob.

Sản phẩm in được cố định trong hơi nước bão hoà ở 100°C trong 6 phút, giặt và làm khô. Kết quả thu được là vật liệu phủ đều màu với mẫu màu xanh và màu trắng.

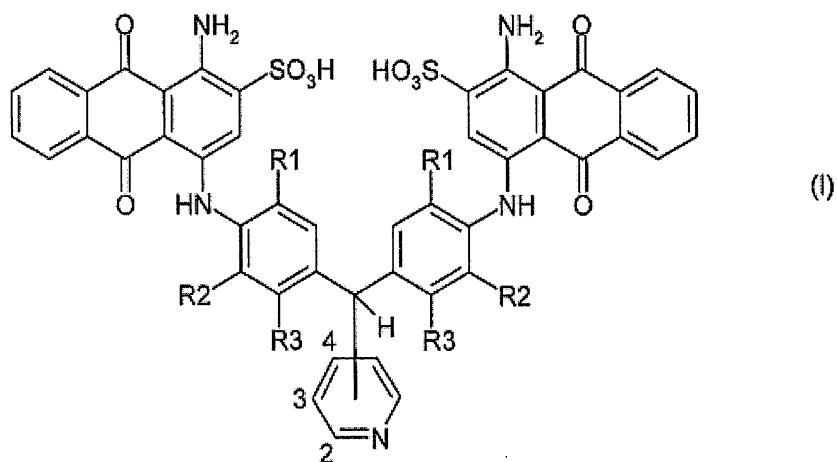
Ví dụ sử dụng E được lặp lại với thuốc nhuộm ở ví dụ điều chế 2-9 thu được tác dụng tương tự về sự đều màu, độ bền sáng và độ bền ướt và sự thấm đọng.

Ví dụ sử dụng F

Hoà tan mỗi 3 phần thuốc nhuộm từ ví dụ điều chế 1-9 trong 82 phần nước được khử khoáng và 15 phần dietylen glycol ở 60°C. Làm mát đến nhiệt độ trong phòng thu được mực in màu xanh cực kỳ thích hợp để in phun trên giấy hoặc polyamit và sản phẩm dệt len.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hợp chất có công thức (I);



ở dạng axit tự do, ở dạng muối hoặc ở dạng hỗn hợp muối,

trong đó, mỗi R1, R2 và R3 độc lập là hydro, C₁₋₄alkyl hoặc C₁₋₄alkyloxy.

2. Hợp chất theo điểm 1, trong đó các gốc C₁₋₄alkyl và C₁₋₄alkoxy là không được thế và không phân nhánh.

3. Hợp chất theo điểm 1 hoặc 2, trong đó mỗi R1 và R2 là metyl, etyl hoặc metoxy.

4. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó mỗi R1 và R2 là metyl hoặc metoxy.

5. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó R3 là hydro hoặc metyl.

6. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó R3 là hydro.

7. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó vòng pyridin gắn vào phân tử thuốc nhuộm ở vị trí 4.

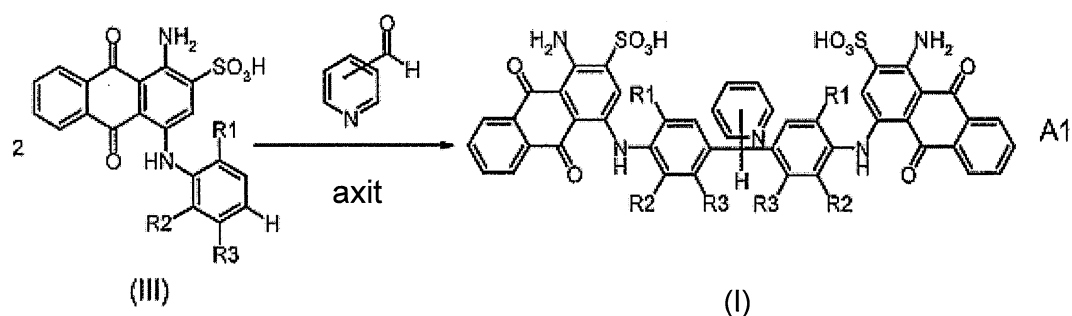
8. Hợp chất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó vòng pyridin được thế ở vị trí 4 và

mỗi R1 và R2 là methyl hoặc metoxy, và

R3 là hydro.

9. Hợp chất theo điểm 8, trong đó mỗi R1 và R2 là methyl.

10. Phương pháp điều chế hợp chất có công thức (I) như được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9 bao gồm bước phản ứng ngưng tụ được xúc tác bởi axit theo sơ đồ phản ứng sau đây:



11. Phương pháp điều chế hợp chất có công thức (I) như được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9 được thực hiện theo sơ đồ phản ứng sau đây:

