



No. 12-060086- -00000-0000

Fecha: 2012-04-12 15:26:17 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 411 PRESENTACION Folios: 40

Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

DELEGATURA DE PROPIEDAD INDUSTRIAL

División de Nuevas Creaciones

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

21. EXPEDIENTE No. _____

54. TÍTULO COLORANTE REACTIVO_____

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL _____

71. SOLICITANTE EVERLIGHT USA, INCDOMICILIO Pineville, NC, United States.74. APODERADO Juan Felipe Vanegas M.22. BOGOTÁ, D. C., Abril 12, 2012



No. 12-060086- -00000-0000

Fecha: 2012-04-12 15:26:17 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 411 PRESENTACION Folios: 40

FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD
2000-3

1

SOLICITUD DE:

☒

Patente de Invención

☐

Patente de Modelo de Utilidad

2

SOLICITANTE
(71)

Nombre: **EVERLIGHT USA, INC.**
Dirección: 10507 Southern Loop Blvd.,
Pineville, North Carolina 28134
Teléfono: Fax:
E-Mail:
Domicilio: United States of America

IDENTIFICACION

C.C. ☐ NIT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Número _____

REPRESENTANTE
O APODERADO
(74)

Nombre: **Juan Felipe Vanegas Umaña**
Dirección: **carrera 9 # 74-08, oficina 504**
Teléfono: **3764200** Fax: **3761707**
E-Mail: **juan.vanegas@prc-laws.com**

IDENTIFICACION

C.C. ☒ NIT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Número **79'781.347**
TP **112.578**

4

INVENTOR(ES)
(72)

Nombre: **Chien-Yu CHEN, Chen-Lung KAO, Ya-Ching YU, Huie-Chin HUANG**
Dirección: No. 12., Gongye 3rd Road
Guanyin Township
Teléfono: Fax:
E-Mail:
Domicilio: Taiwan

IDENTIFICACION

C.C. ☐ NIT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Número _____

5

Título(54): COLORANTE REACTIVO

6

Clasificación Internacional (51):

7

Prioridad

SI ☒ NO ☐

(33)País de Origen

Taiwan

(32)Fecha

Abril 12, 2011

(31)N° de Solicitud

100112601

8

Para publicar a partir de la fecha de la presente solicitud a los:

6 meses ☐ 12 meses ☐ 18 meses ☒ Otro ☐

9

Comprobante de Pago No.:

Fecha

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.
- ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación.
- ☒ Comprobante de pago de la tasa por concepto de reivindicación de prioridad.
- ☐ Poderes, si fuere el caso.
- ☐ Certificado de existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☒ Copia certificada de la primera solicitud, si se reivindica prioridad.
- ☒ Traducción simple de la primera solicitud, si se reivindica prioridad.
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☒ Descripción de la invención.
- ☒ Una o más reivindicaciones.
- ☒ Dibujos y/o planos necesarios.
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de la comunidad de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.
- ☐ Arte final 12x12 y 6x6 cm.
- ☒ Resumen y extracto para publicación.

11

NOMBRE: Juan Felipe Vanegas Umaña

FIRMA:

C.C. 79.781.347

TE. 112.578

COLORANTE REACTIVO

1. Campo de la invención.

La presente invención se refiere a nuevos colorantes reactivos, y más particularmente, a un tinte nuevo reactivo para una fibra que tiene grupos hidroxilo o grupos amino en agotar el teñido, teñido frío almohadilla lote, teñido continuo, la impresión y la impresión digital..

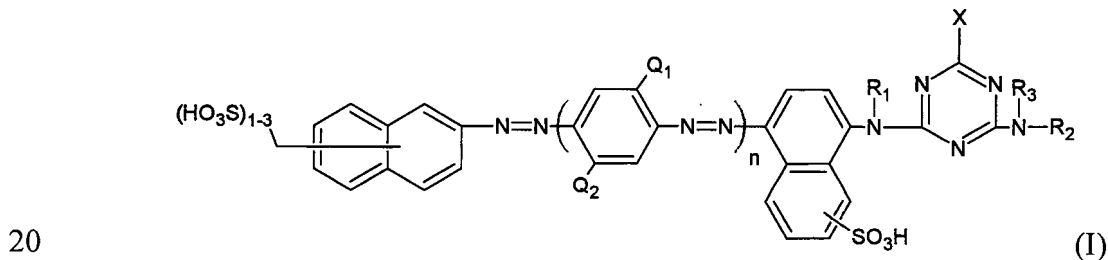
2. Antecedentes de la Invención.

El color de la moda actual es la tierra-el tono de color como marrón, gris, caqui, olivo y beige. Las telas con colores en tonos tierra se forma a partir de teñido de telas con colorantes tina y tienen una buena reproducibilidad y solidez. Sin embargo, el procedimiento de tintura es complicado, sin color brillante se forma en el procedimiento de teñido tal, y la propiedad de aumento es pobre. Por lo tanto, existe una necesidad de desarrollar un nuevo tinte para mejorar colorantes tina

Además, WO2008/055805 describe una mezcla de colorante reactivo. Sin
15 embargo, existe una necesidad de desarrollar un solo color amarillo o rojo tintes
marrones reactivos con gran reproducibilidad y solidez.

RESUMEN DE LA INVENCION

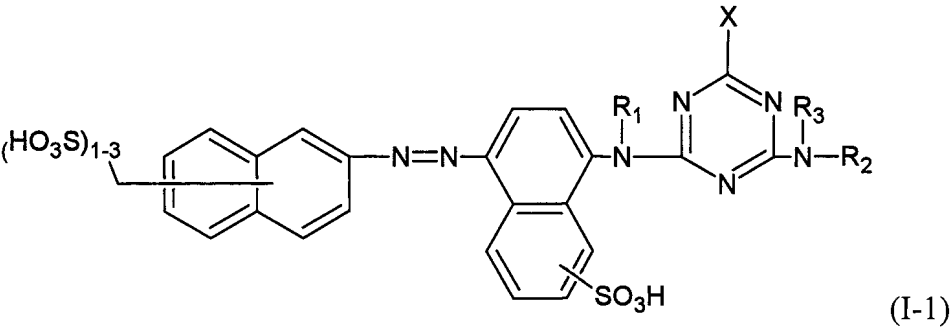
La presente invención proporciona un colorante reactivo que tiene la estructura de fórmula(I):



en donde X es un halógeno o carboxypyridinium; R1, R2 y R3 son

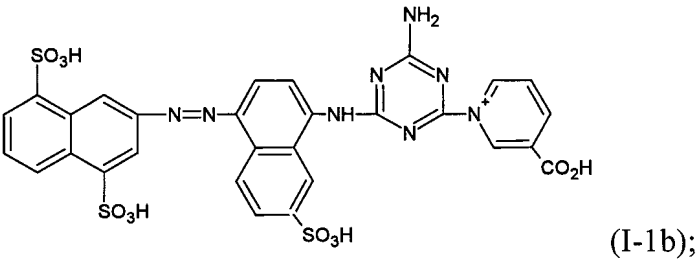
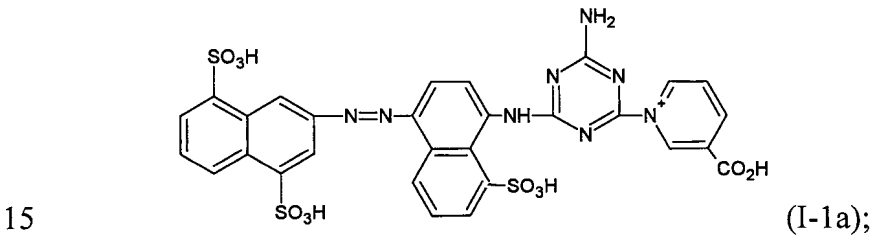
independientemente hidrógeno, alquilo C1-4, C1-4alkylcarbonyl, bencilo, alquilo C1-4hydroxyalkyl o sulfobenzyl; n es 0 o 1; Q1 y Q2 son independientemente hidrógeno, sulfo, alquilo C1-4alkyl, C1 4alkoxy-, C1-4alkanoylamino o ureido, y (HO3S) 1-3 es de 1 a 3 grupos sulfo opcionalmente unido a naftilo.

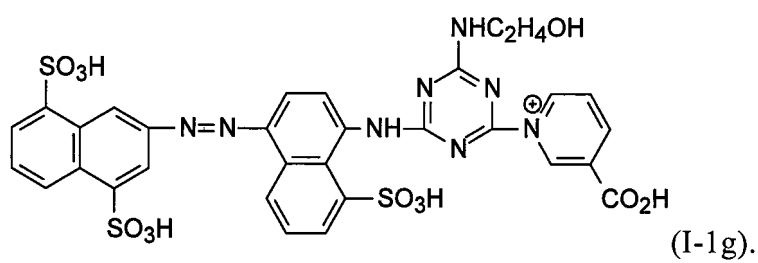
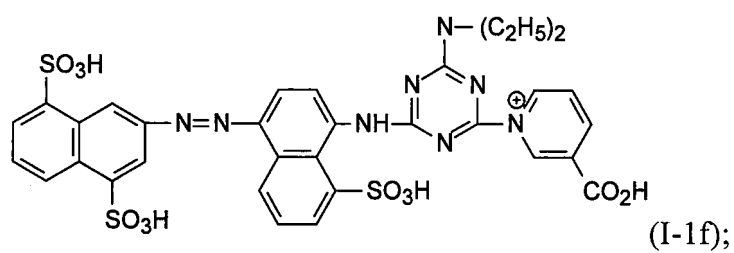
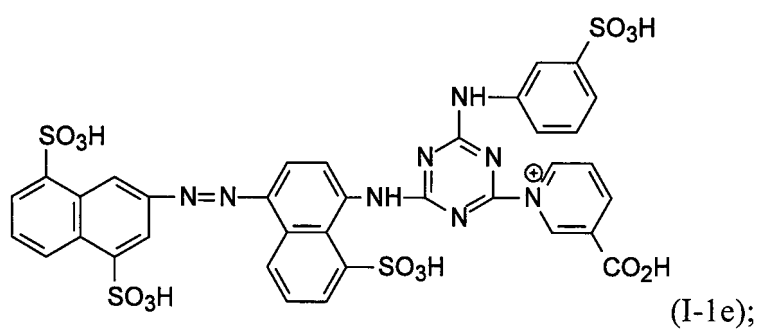
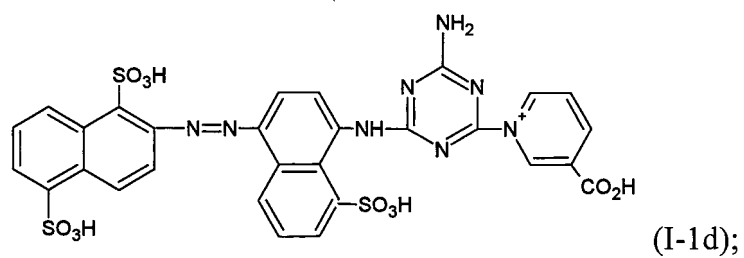
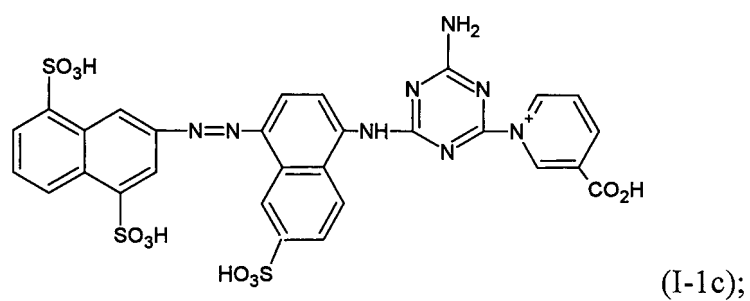
5 En una realización, n es 0 en la fórmula (I), y el colorante reactivo de la presente invención tiene la estructura de fórmula(I-1):



en donde X es un halógeno o carboxypyridinium; y R1, R2 y R3 son independientemente hidrógeno, alquilo C1-4, C1-4alkylcarbonyl, bencilo, alquilo C1-4hydroxyalkyl o sulfobenzyl.

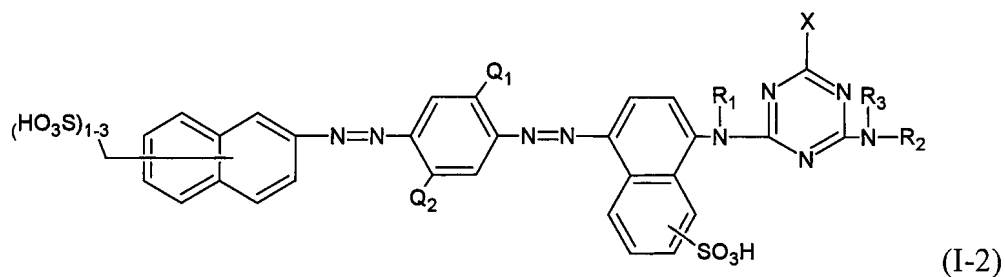
En una forma de realización, X es un halógeno o carboxypyridinium; y R1, R2 y R3 son independientemente hidrógeno, alquilo C1-4, C1-4hydroxyalkyl o sulfobenzyl. Por ejemplo, el colorante reactivo de la presente invención tiene la estructura de (I-1a), (I-1b), (I-1c), (I-1d), (I-1e), (I-1f) or (I-1g):





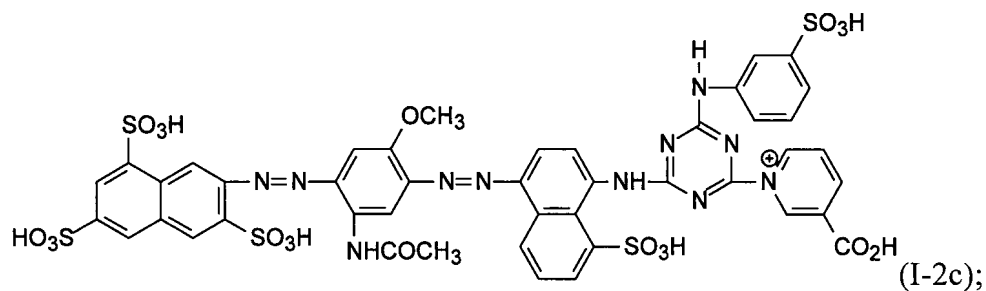
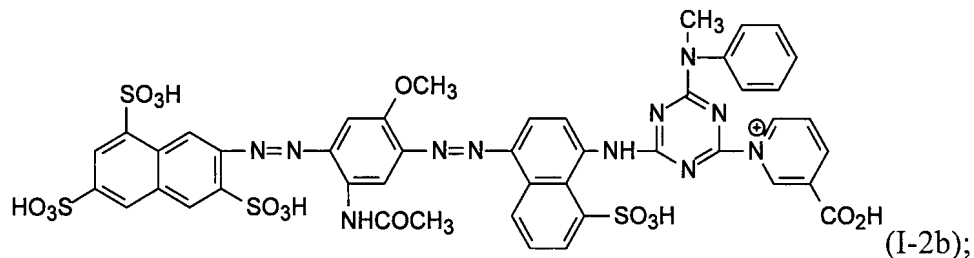
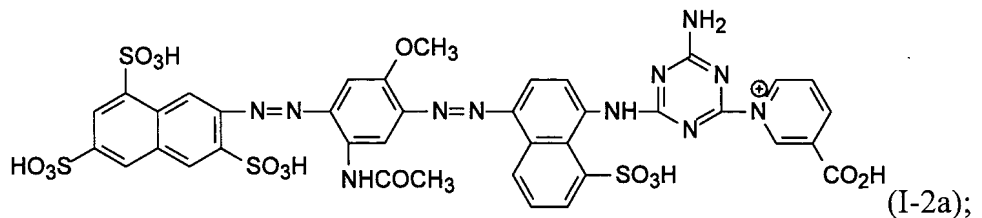
5

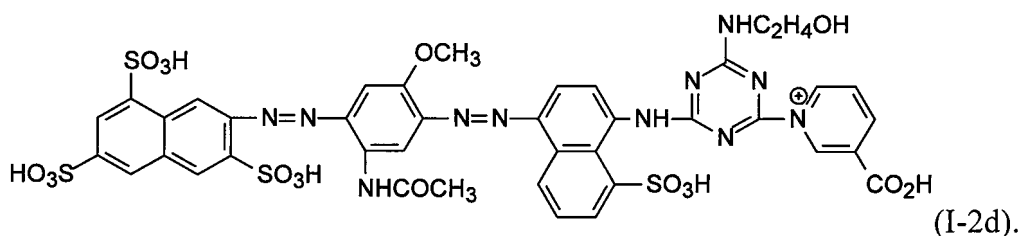
En una realización, n es 1 en la fórmula (I), y el colorante reactivo de la presente invención tiene la estructura de fórmula (I-2):



en donde X es un halógeno o carboxypyridinium; R1, R2 y R3 son
independientemente hidrógeno, alquilo C1-4, C1-4alkylcarbonyl, bencilo, alquilo
C1-4hydroxyalkyl o sulfobenzyl; y Q1 y Q2 son independientemente hidrógeno,
5 alquilo C1-4, C1-4alkoxy o C1 -4alkanoylamino.

En la realización, X es un halógeno o carboxypyridinium; R1, R2 y R3 son
independientemente hidrógeno, alquilo C1-4, bencilo, alquilo C1-4hydroxyalkyl o
sulfobenzyl; y Q1 y Q2 son independientemente alquilo C1-4alkoxy o
C1-4alkanoylamino. Por ejemplo, el colorante reactivo de la presente invención tiene
10 la estructura de fórmula (I-2a), (I-2b), (I-2c) or (I-2d):





El colorante reactivo de la presente invención tiene gran propiedad de acumulación. En comparación con los tintes comerciales, el colorante reactivo de la presente invención tiene una mejor propiedad de acumulación, y tiene una mejor reproducibilidad y solidez a la tintura a mediados de la temperatura de tintura agotado y teñido frío almohadilla lote.

Descripción detallada de las realizaciones preferidas

Los siguientes ejemplos específicos se utilizan para ilustrar la presente invención. Una persona experta en la técnica puede fácilmente imaginar las otras ventajas y los efectos de la presente invención.

Para ilustración, todos los compuestos en la especificación se presentan como ácidos libres, sin embargo, el colorante reactivo de la presente invención sería en forma de sales solubles en agua, en el que las sales pueden ser metales alcalinos, metales alcalinotérreos, sales de amonio o orgánicos aminas, y preferentemente sales de sodio, sales de potasio, sales de litio, sales de amonio o sales de trietanolamina.

Los colorantes reactivos de la presente invención se pueden preparar por los métodos convencionales, y no hay ninguna limitación a la orden de los pasos. El cromóforo se puede preparar, y luego el colorante puede ser sintetizado. Alternativamente, el cromóforo puede ser sintetizado durante la preparación del colorante.

El colorante reactivo de la presente invención puede ser aplicable a los materiales de fibra, especialmente materiales de fibras de celulosa, y aplicables para teñir o

estampar materiales de fibra que tiene la fibra de celulosa. Los materiales de fibra puede ser, pero no se limitan a, las fibras naturales de celulosa regenerada o como el algodón, cáñamo, lino, ramio, materiales de rayón de viscosa o fibras que tienen fibras de celulosa. El colorante reactivo de la presente invención puede ser también aplicable para el teñido y estampación de fibra se mezcla con fibras hidroxiceulosa.

El colorante reactivo de la presente invención puede ser fijado en las fibras en solución de tinte acuoso y pasta de estampación, y se puede utilizar para teñido y estampado en agotar el teñido, teñido continuo, lote frío almohadilla impresión de tintura, o la impresión digital.

En la presente invención, el teñido o la impresión puede realizarse de acuerdo con los métodos convencionales. Por ejemplo, tinción por agotamiento se realiza mediante el uso de sales inorgánicas neutros (tal como sulfato de anhídrido de sodio y cloruro de sodio) y / o los agentes de ácidos bien conocidos de unión (tal como carbonato de sodio e hidróxido de sodio). Las cantidades de las sales inorgánicas neutros y alcalinos no son críticos, y pueden ser añadidos juntos o por separado en el baño de tinte. Además, agentes auxiliares de teñido (por ejemplo, agentes de nivelación tintes y colorantes agentes retardantes) se puede utilizar, y la temperatura para el teñido puede estar en el intervalo de 40 ° C a 90oC, y preferiblemente de 50 ° C a 70 ° C.

En el teñido frío lote almohadilla, el objeto a ser teñido se enrolla y se tiñó con la sal inorgánica neutral (tal como sulfato de sodio anhídrido o cloruro de sodio) y el agente de fijación de ácido (tal como carbonato de sodio o hidróxido de sodio) a la temperatura ambiente.

En el teñido continuo, el objeto a ser teñido se coloca en la solución de colorante mezclado con el agente de fijación de ácido (tal como carbonato sódico o bicarbonato sódico), y luego se seca por el calor o fijado por el vapor. En el teñido dos baños, el objeto se tiñe, se trató con la sal inorgánica neutral (tal como sulfato sódico o silicato

de sodio), y luego se seca o fijado por el vapor.

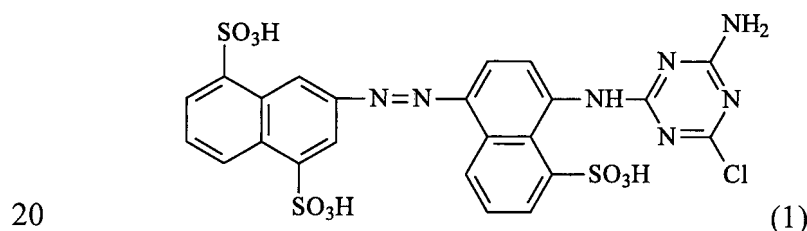
La presente invención se ilustra mediante, pero no se limitan a, las siguientes realizaciones. La temperatura se presenta como grados Celsius, y las partes y porcentajes se calculan en base al peso sin especificado.

5 Realización 1

(1) 30,2 partes de 2-naftilamina-4,8-disulfónico se dispersaron en 300 partes de agua con hielo, y después se añadió con 28,5 partes de 32% de solución de HCl. La mezcla se agitó y, a continuación se añade lentamente con 6,9 partes de solución de nitrito de sodio. La mezcla se agitó durante 1 hora a 0-5°C. A continuación, la mezcla se añadió lentamente con 22,3 partes de 1-naftilamina-8-sulfónico, y después el pH se ajustó a 3 con bicarbonato de sodio. La mezcla se agitó durante 3 horas a 10-15°C. La solución de reacción se formó luego.

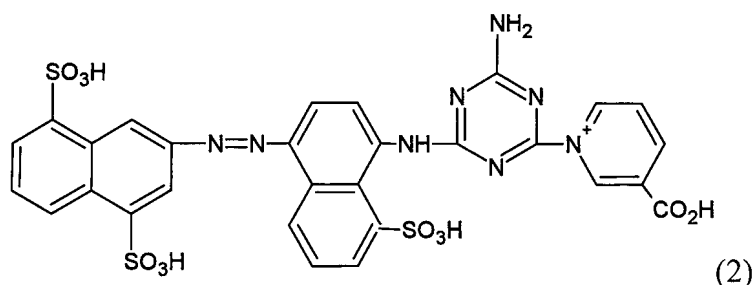
(2) 100 partes de agua con hielo, incluyendo 18,4 partes de cloruro cianúrico se vertió lentamente en la solución de reacción, y el pH de la solución se ajustó a 5-6 por bicarbonato sódico. La mezcla se agitó a 10-15°C durante tres horas y, a continuación se filtra para obtener la solución de reacción.

(3) El pH de la solución de reacción se ajustó a 10-11 por solución de amoníaco del 24%. La mezcla se calienta a 40-45°C, se agitó durante 2 horas, y luego procesados a través de salazón a cabo para obtener el producto(1).



(4) El producto (1) se dispersó en 300 partes de agua, y después se añadió con 12,3 partes de piridina-3-carboxílico. La mezcla se calienta a 70-80°C, se agitó durante 3 horas, y luego procesados a través de salazón a cabo para obtener el

producto (2), es decir, el compuesto de fórmula (I-1a) ($\lambda_{\text{max}}=405 \text{ nm}$)

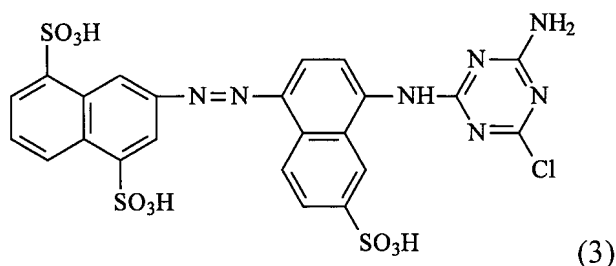


realización 2

(1) 30,2 partes de 2-naftilamina-4 ,8-disulfónico se dispersaron en 300 partes de
 5 agua con hielo, se añadieron 28,5 partes de 32% de solución de HCl, se agitó y
 después se añadió con 6,9 partes de solución de nitrito de sodio. La mezcla se agitó
 durante 1 hora a 0-5oC. A continuación, la mezcla se añadió lentamente con 22,3
 partes de 1-naftilamina-7-sulfónico. A continuación, el pH de la mezcla se ajustó a 3
 por el bicarbonato de sodio, y se agitó a 10-15oC durante 3 horas, a fin de obtener la
 10 solución de reacción.

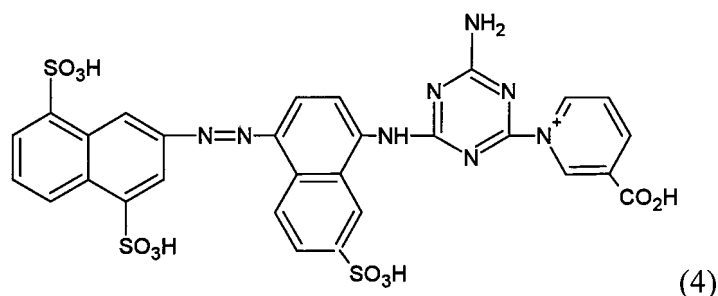
(2) 100 partes de agua con hielo, incluyendo 18,4 partes de cloruro cianúrico se
 vertió lentamente en la solución de reacción, y el pH de la solución se ajustó a 5-6 por
 bicarbonato sódico. La mezcla se agitó a 10-15oC durante 2 horas y, a continuación se
 filtra para obtener la solución de reacción.

15 (3) El pH de la solución de reacción se ajustó a 10-11 por solución de amoníaco
 del 24%. La mezcla se calienta a 40-45oC, se agitó durante 2 horas, y luego
 procesados a través de salazón a cabo para obtener el producto(3).



(4) El producto (3) se dispersó en 300 partes de agua, y después se añadió con
 20 12,3 partes de piridina-3-carboxílico. La mezcla se calienta a 70-80oC, se agitó

durante 3 horas, y luego procesados a través de salazón a cabo para obtener el producto (4), es decir, el compuesto de fórmula(I-1b) (λ_{max} =400 nm)

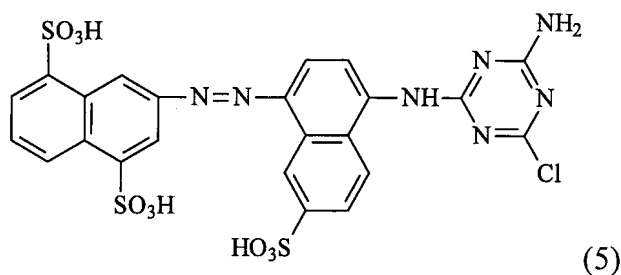


5 Realización 3

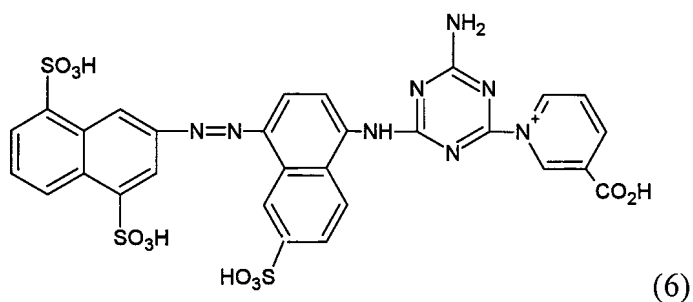
(1) 30,2 partes de 2-naftilamina-4 ,8-disulfónico se dispersaron en 300 partes de agua con hielo, se añadieron 28,5 partes de 32% de solución de HCl, se agitó y después se añadió con 6,9 partes de solución de nitrito de sodio. La mezcla se agitó durante 1 hora a 0-5oC. A continuación, la mezcla se añadió lentamente con 22,3 partes de 1-naftilamina-6-ácido sulfónico. A continuación, el pH de la mezcla se ajustó a 3 por el bicarbonato de sodio, y se agitó a 10-15oC durante 3 horas, a fin de obtener la solución de reacción.

(2) 100 partes de agua con hielo, incluyendo 18,4 partes de cloruro cianúrico se vertió lentamente en la solución de reacción, y el pH de la solución se ajustó a 5-6 por bicarbonato sódico. La mezcla se agitó a 10-15oC durante 2 horas y, a continuación se filtra para obtener la solución de reacción.

(3) El pH de la solución de reacción se ajustó a 10-11 por solución de amoníaco del 24%. La mezcla se calienta a 40-45oC, se agitó durante 2 horas, y luego procesados a través de salazón a cabo para obtener el producto(5).



(4) El producto (5) se dispersó en 300 partes de agua, y después se añadió con 12,3 partes de piridina-3-carboxílico. La mezcla se calienta a 70-80oC, se agitó durante 3 horas, y luego procesados a través de salazón a cabo para obtener el producto (6), es decir, el compuesto de fórmula(I-1c) (λ_{max} =400 nm)

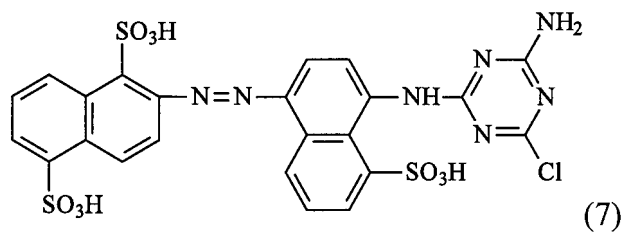


Realización 4

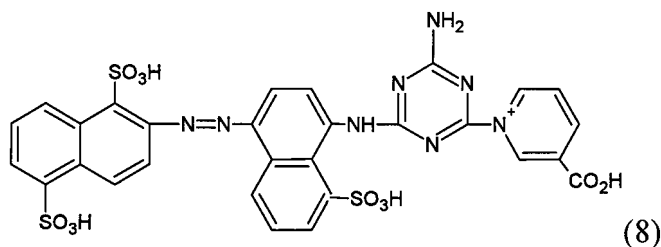
(1) 30,2 partes de 2-naftilamina-1 ,5-disulfónico se dispersaron en 300 partes de agua con hielo, se añadieron 28,5 partes de 32% de solución de HCl, se agitó y después se añadió con 6,9 partes de solución de nitrito de sodio. La mezcla se agitó durante 1 hora a 0-5oC. A continuación, la mezcla se añadió lentamente con 22,3 partes de 1-naftilamina-8-sulfónico. A continuación, el pH de la mezcla se ajustó a 6 por bicarbonato sódico, y se agitó a 10-15oC durante 3 horas, a fin de obtener la solución de reacción.

(2) 100 partes de agua con hielo, incluyendo 18,4 partes de cloruro cianúrico se vertió lentamente en la solución de reacción, y el pH de la solución se ajustó a 9-9,5 por bicarbonato sódico. La mezcla se agitó a 8-10oC durante 3 horas, y luego se filtra para obtener la solución de reacción.

(3) El pH de la solución de reacción se ajustó a 10-11 por solución de amoníaco del 24%. La mezcla se calienta a 40-45oC, se agitó durante 2 horas, y luego procesados a través de salazón a cabo para obtener el producto(7).



- 5 (4) El producto (7) se dispersó en 300 partes de agua, y después se añadió con 12,3 partes de piridina-3-carboxílico. La mezcla se calienta a 70-80oC, se agitó durante 2 horas, y luego procesados a través de salazón a cabo para obtener el producto amarillo (8), es decir, el compuesto de fórmula (I-1d) (λ_{max} =400 nm)



10

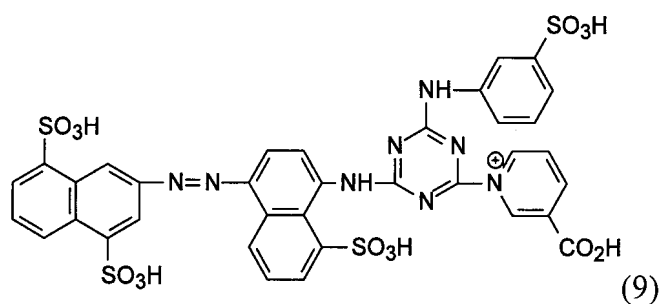
Realizaciones 5 a 7:

Los siguientes colorantes reactivos de piridina-3-carboxílico se preparó de acuerdo con realizaciones de 1 a 4. Los tintes tenían de alta pureza, gran propiedad y la acumulación de una gran solidez a la.

15

Realización 5 5

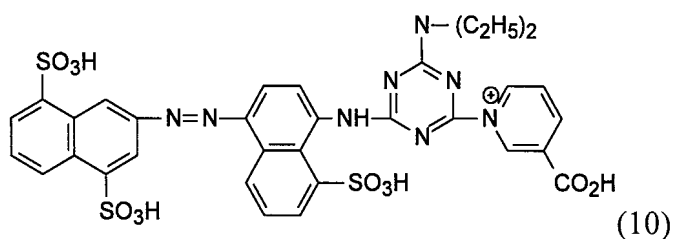
El producto amarillo (9), es decir, compuesto de fórmula (I-1e) (λ_{max} = 402nm) se obtuvo..



Realización 6

El producto amarillo (10), es decir, compuesto de fórmula (I-1f) ($\lambda_{\text{max}} = 408\text{nm}$)

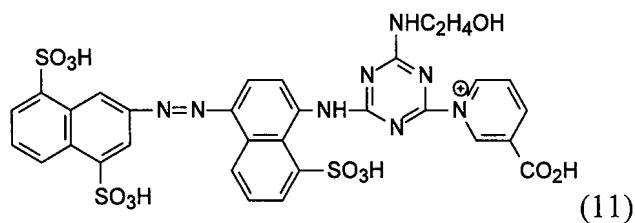
5 se obtuvo.



Realización 7

El producto amarillo (11), es decir, compuesto de fórmula (I-1g) ($\lambda_{\text{max}} = 406\text{nm}$)

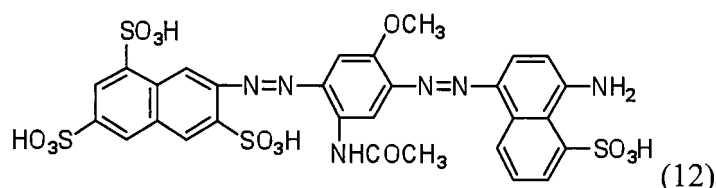
10 se obtuvo.



Realización 8

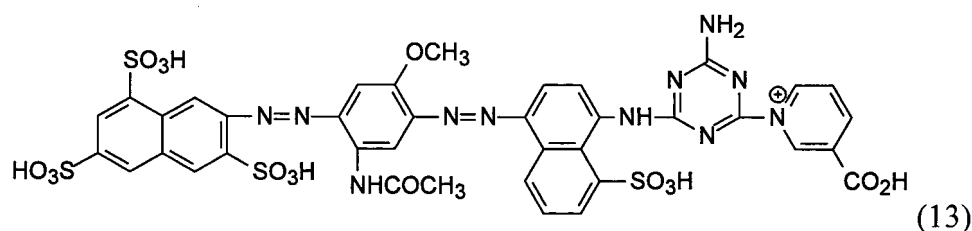
(1) 57,5 partes de 2-naftilamina-3 ,6,8-trisulfónico se dispersaron en 225 partes
 15 de agua con hielo, y se añadió con 45 partes de solución de nitrito de sodio. La mezcla se agitó a 8-15oC durante 1 hora. La mezcla se añadió con 27,03 partes de 3-amino-4-methoxyacetanilide. El pH de la mezcla se ajustó a 5-5,5 por solución de

sodio 45% de hidróxido, y la mezcla se agitó a 20 ° C durante 2 horas. La mezcla se añadió con 36.87 partes de 32% de solución de HCl, y se añadió lentamente con 45 partes de solución de nitrito de sodio. La mezcla se agitó a 5 a 10 ° C durante 1 hora. La mezcla se añadió con 32.82 partes de 1-naftilamina-8-sulfónico. La mezcla se
 5 añadió con una solución diazo a 10-15oC, el pH de la mezcla se mantuvo a 6-6.5 por solución de sodio 45% de hidróxido, se agitó durante 2 horas, y la mezcla fue procesada a través de salazón a cabo para obtener el producto (12).



(2) 24,91 partes de cloruro cianúrico se dispersaron en 40 partes de agua con
 10 hielo. La mezcla se añadió a la solución del producto (12) a 0-5oC, y luego el pH de la mezcla se mantuvo a 6-7 por la solución de carbonato sódico al 15%. La mezcla se agitó a 10-15oC durante 1 hora.

(3) 16.55 partes de solución de amoníaco 24% se añadieron a la solución de reacción obtenida de la etapa anterior (2), y la mezcla se agitó a 40-45oC durante 1
 15 hora. Entonces, 28,25 partes de piridina-3-carboxílico se añadieron a la mezcla. La mezcla se calienta a 80-90oC, y se agitó durante 5 horas, a fin de obtener el producto rojo pardo (13), es decir, el compuesto de fórmula(I-2a). ($\lambda_{\text{max}}=481\text{nm}$)

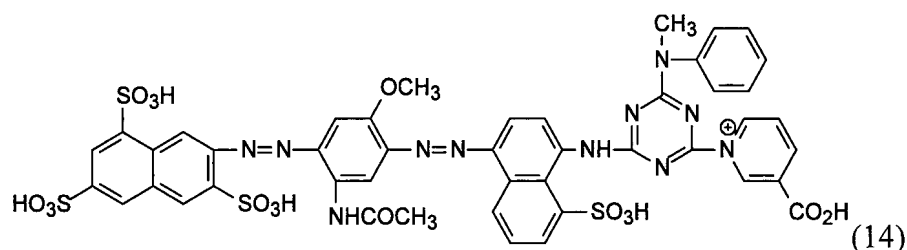


20 Realización 9

(1) 24,91 partes de cloruro cianúrico se dispersaron en 40 partes de agua con

hielo. La mezcla se añadió a la solución del producto (12) a 0-5oC, y luego el pH de la mezcla se mantuvo a 6-7 por la solución de carbonato sódico al 15%. La mezcla se agitó a 10-15oC durante 1 hora.

(2) 14.77 partes de N-metil anilina se añadieron a la solución de reacción formado a partir de la anterior etapa (1), y la mezcla se agitó a 40-45oC durante 1 hora. Entonces, 28,25 partes de piridina-3-carboxílico se añadieron. La mezcla se calienta a 80-90oC, y se agitó durante 5 horas. A continuación, el producto rojo pardo (14), es decir, el compuesto de fórmula (I-2b), se obtuvo. ($\lambda_{\text{max}}=520\text{nm}$)

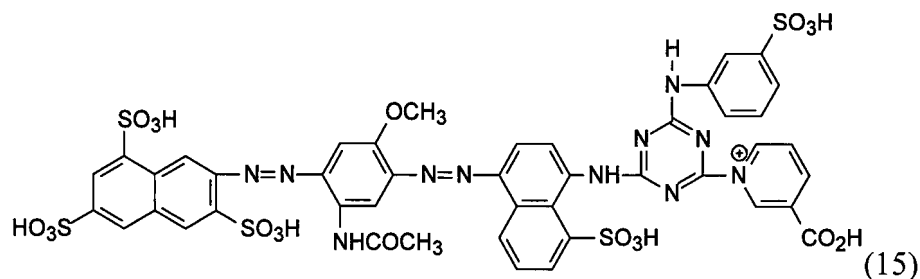


10

Realización 10

(1) 24,91 partes de cloruro cianúrico se dispersaron en 40 partes de agua con hielo. La mezcla se añadió a la solución del producto (12) a 0-5oC, y luego el pH de la mezcla se mantuvo a 6-7 por la solución de carbonato sódico al 15%. La mezcla se agitó a 10-15oC durante 1 hora.

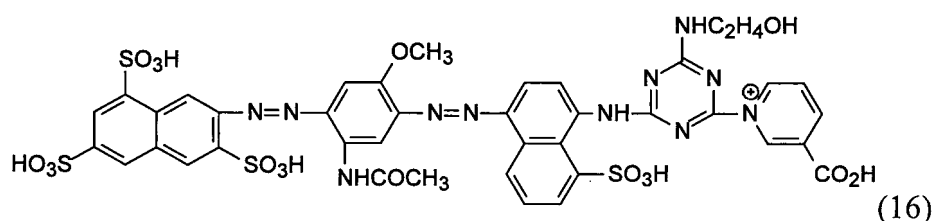
(2) 23.86 partes de ácido metanílico se añadieron a la solución de reacción formado a partir de la anterior etapa (1), y la mezcla se agitó a 40-45oC durante 1 hora. Entonces, 28,25 partes de piridina-3-carboxílico se añadieron. La mezcla se calienta a 80-90oC, y se agitó durante 5 horas. A continuación, el producto rojo pardo (15), es decir, el compuesto de fórmula (I-2c), se obtuvo. ($\lambda_{\text{max}}=520\text{nm}$)



Realización 11

(1) 24,91 partes de cloruro cianúrico se dispersaron en 40 partes de agua con
5 hielo. La mezcla se añadió a la solución del producto (12) a 0-5oC, y luego el pH de la
mezcla se mantuvo a 6-7 por la solución de carbonato sódico al 15%. La mezcla se
agitó a 10-15oC durante 1 hora.

(2) 8.42 partes de etanolamina se añadieron a la solución de reacción formado a
partir de la anterior etapa (1), y la mezcla se agitó a 40-45oC durante 1 hora. Entonces,
10 28,25 partes de piridina-3-carboxílico se añadieron. La mezcla se calienta a 80-90oC,
y se agitó durante 5 horas. A continuación, el producto rojo pardo (16), es decir, el
compuesto de fórmula (I-2d), se obtuvo. ($\lambda_{\text{max}}=530\text{nm}$)



15 Ejemplo de ensayo 1

1 parte del colorante obtenido de la Realización 8 se disolvió completamente en
100 partes de agua destilada para formar la solución de tinte. 20 partes de la solución
de colorante se introdujeron en el anillo de colorante, añadido con 4,8 partes de
mirabilita, y se añadió con agua destilada a un total de 75 partes. A continuación, la
20 mezcla se añadió con 5 partes de solución alcalina puro (320 g / l). 4 partes de tejidos
de algodón de ligamento tafetán se colocaron en la solución de tinte, y se mezcla bien

con el colorante. Entonces, el anillo de tinte se colocó en la incubadora, la temperatura se elevó a 60 ° C en 30 minutos, y la fijación se realizó durante 60 minutos. Después del teñido, los tejidos fueron limpiados con agua fría, a continuación, limpiado, decolorado, y se secó. Los tejidos teñidos de color rojo marrón tenía gran profundidad

5 captación morir la propiedad y el medio de contraste.

La medición de la propiedad de acumulación: K / S valor indicado profundidad de color o la profundidad apariencia del color de las telas. La medición se determina de acuerdo con el tipo de reflexión de las telas. La tasa de reflexión (R) de la parte cubierta y parte descubierta de las telas se midió mediante un espectrofotómetro, y

10 calculado en el valor K / S de acuerdo con la ecuación:

$$K/S = (1-R)^2/2R$$

Ejemplo de ensayo 2

3 partes del colorante preparado a partir de la Realización 1 se disolvieron en 100

15 ml de agua para formar la solución de tintura almohadilla (30 partes / l). 25 ml del agente alcalino (hidróxido de sodio (15 ml / L) y mirabilita (30 partes / l)) se añadió en la solución de teñido almohadilla, y la mezcla se agitó. La mezcla se vierte en el dispositivo de rodillo teñido almohadilla. Después de ser teñido, los tejidos de algodón fueron rodados. A continuación, los tejidos de algodón laminados se almacenaron a

20 temperatura ambiente durante 4 horas. Entonces, las telas amarillas fueron limpiados con agua fría, luego se limpia con agua hervida durante 10 minutos, se limpia con agua hervida detergente no iónico durante 10 minutos, y se limpia con agua fría. A continuación, los tejidos se secaron, y las telas de color amarillo se obtuvieron entonces. Las telas de color amarillo tenía una gran acumulación de absorción de la

25 propiedad y el color.

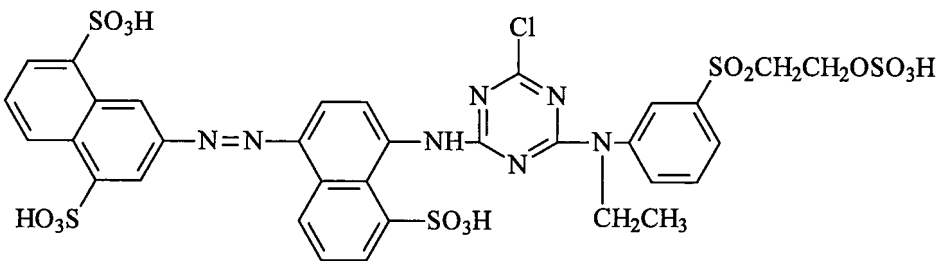
Ejemplo de ensayo 3 Comparación de la propiedad de acumulación en el teñido de agotar

El colorante preparado a partir de la realización 1 y el colorante del ejemplo comparativo se compararon según el método del Ejemplo de prueba 1, en donde diferentes concentraciones de la solución de tinte se utilizaron para la comparación de propiedad de acumulación en agotar el teñido. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

Colorante (o.w.f)	Acumulación de la propiedad en agotar el colorante (K/S)			
	1%	2%	4%	8%
Colorante de realización 1	5.30	9.49	16.33	21.61
Colorante de ejemplo comparativo 1	3.15	6.32	12.48	18.90

Ejemplo comparativo 1:



De acuerdo con la presente invención, el colorante de la Realización 1 tenía gran propiedad de acumulación a mediados de la temperatura de tintura agotado.

Ejemplo de ensayo 4 Comparación de la propiedad de acumulación en el teñido frío

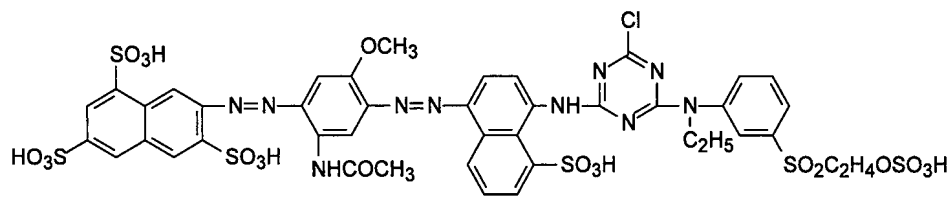
lote almohadilla

El colorante de la Realización 8 y el colorante del ejemplo comparativo 2 se compararon según el método del ejemplo comparativo 2, en el que diferentes concentraciones de solución de tinte (g / l) fueron utilizados para la comparación de propiedad de acumulación. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2

	K/S (almohadilla fría de colorante por lotes: 16 horas)		
Colorante	15 g/l	30 g/l	60 g/l
Colorante de realización 8	8.134	11.323	13.030
Colorante de ejemplo comparativo 2	5.185	8.000	9.820

Ejemplo comparativo 2:



De acuerdo con la presente invención, el colorante de la Realización 8 tenía gran propiedad de acumulación en el teñido frío lote almohadilla.

En comparación con los colorantes de los Ejemplos Comparativos 1 y 2, el colorante reactivo de la presente invención tiene una mejor propiedad de acumulación y reproducibilidad a mediados de la temperatura de tintura y el teñido frío almohadilla lote. En comparación con los tintes comerciales, el colorante reactivo de la presente invención tiene gran propiedad de acumulación, propiedad de limpieza del agua y solidez.

El invento ha sido descrito utilizando ejemplares realizaciones preferidas. Sin

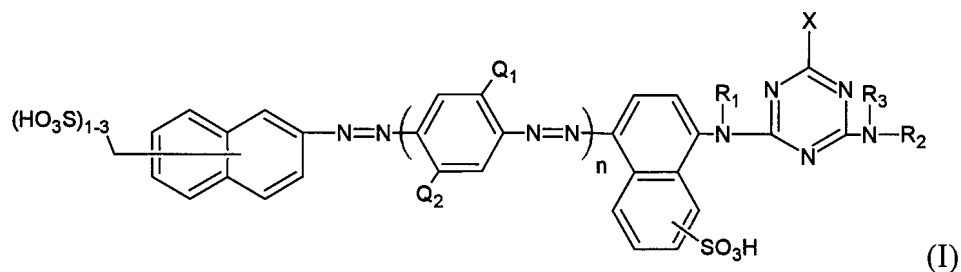
embargo, se debe entender que el alcance de la invención no está limitada a las disposiciones descritas. El alcance de las reivindicaciones, por lo tanto, debe concederse la interpretación más amplia, a fin de abarcar todas las modificaciones y arreglos similares.

5

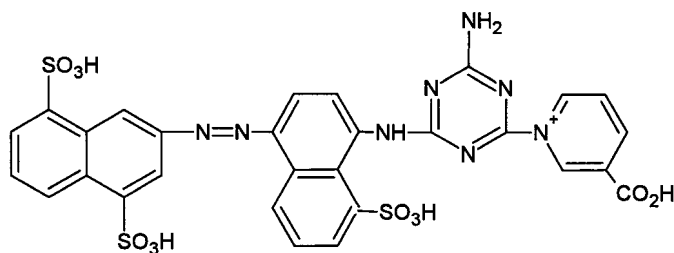
REIVINDICACIONES

Lo que se reivindica es:

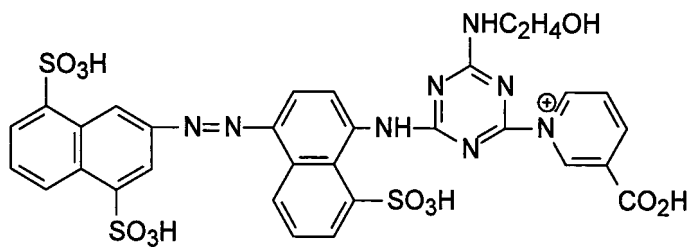
1. Un colorante reactivo que tiene una estructura de fórmula(I):



- 5 en donde X es un halógeno o carboxypyridinium; R1, R2 y R3 son independientemente hidrógeno, alquilo C1-4, C1-4alkylcarbonyl, bencilo, alquilo C1-4hydroxyalkyl o sulfobenzyl; n es 0 o 1; Q1 y Q2 son independientemente hidrógeno, sulfo, alquilo C1-4alkyl, C1 4alkoxy-, C1-4alkanoylamino o ureido; y 1-3 (HO3S) es de 1 a 3 grupos sulfo.
- 10 2. El colorante reactivo de la reivindicación 1, en el que cuando n es 0, X es un halógeno o carboxypyridinium, y R1, R2 y R3 son, independientemente, hidrógeno, C1-4alkyl, C1-4alkylcarbonyl, bencilo, alquilo C1-4hydroxyalkyl o sulfobenzyl.
3. El colorante reactivo de la reivindicación 2, en donde X es un halógeno o carboxypyridinium, y R1, R2 y R3 son independientemente hidrógeno, alquilo C1-4, C1-4hydroxyalkyl o sulfobenzyl.
- 15 4. El colorante reactivo de la reivindicación 3, que es:



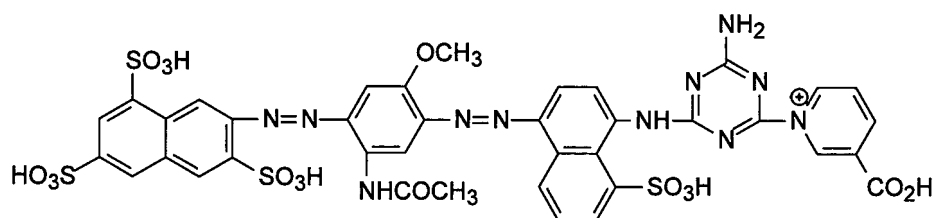
5. El colorante reactivo de la reivindicación 3, que es:



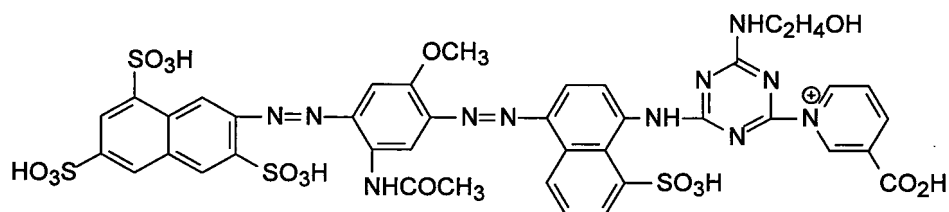
6. El colorante reactivo de la reivindicación 1, en la que cuando n es 1, X es un halógeno o carboxypyridinium, R1, R2 y R3 son independientemente hidrógeno, alquilo C1-4, C1-4alkylcarbonyl, bencilo, alquilo C1-4hydroxyalkyl o sulfobenzyl, y
 5 Q1 y Q2 son independientemente hidrógeno, alquilo C1-4, C1-4alkoxy, o C1-4alkanoylamino.

7. El colorante reactivo de la reivindicación 6, en donde X es un halógeno o carboxypyridinium, R1, R2 y R3 son independientemente hidrógeno, alquilo C1-4, bencilo, alquilo C1-4hydroxyalkyl o sulfobenzyl, y Q1 y Q2 son independientemente
 10 alquilo C1-4alkoxy, o C1-4alkanoylamino.

8. El colorante reactivo de la reivindicación 7, que es:

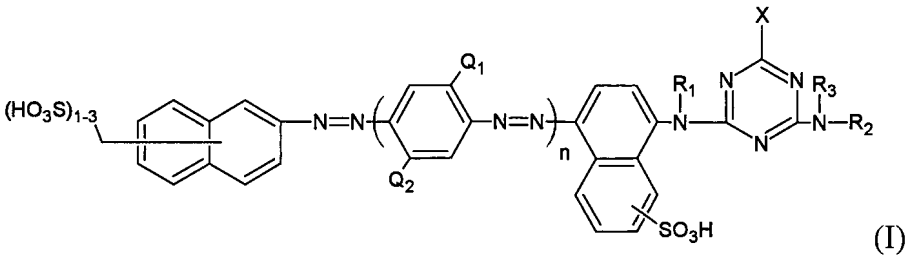


9. El colorante reactivo de la reivindicación 7, que es:



RESUMEN DE LA DIVULGACIÓN

Un colorante reactivo se describe. El colorante reactivo tiene la estructura de fórmula(I):



- 5 donde X, R1, R2, R3, N, Q1, Q2 y 1-3 (HO3S) se definen en la especificación. El colorante reactivo de la presente invención tiene gran propiedad de acumulación, la reproducibilidad y la solidez.



中華民國經濟部智慧財產局

INTELLECTUAL PROPERTY OFFICE
MINISTRY OF ECONOMIC AFFAIRS
REPUBLIC OF CHINA

茲證明所附文件，係本局存檔中原申請案的副本，正確無訛，
其申請資料如下：

This is to certify that annexed is a true copy from the records of this office of
the application as originally filed which is identified hereunder：

申請日：西元 2011 年 04 月 12 日
Application Date Apr. 12, 2011

申請案號：100112601
Application No.

申請人：臺灣永光化學工業股份有限公司
Applicant(s)

發明人 / 創作人：陳建宇、高禎隆、游雅晴、黃惠卿
Inventor(s)

局長

Director General

王美花

西元 2012 年 02 月 09 日
Feb. 9, 2012

(此處由本局於收
文時黏貼條碼)

送件版

事務所案件編號：112026
中華民國 100 年 4 月 1 日
(100)萬專字第 100000000 號

發明專利申請書

(本申請書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號： ※案由：10000

※申請日： ※IPC 分類：

☐ 本案一併申請實體審查(案由：24704)

一、發明名稱：(中文/英文)

反應性染料

REACTIVE DYE

二、申請人：(共 1 人)(多位申請人時，應將本欄位完整複製後依序填寫，姓名或名稱
欄視身份種類填寫，不填寫的部分可自行刪除)

(第 1 申請人)

國籍：☒ 中華民國 ☐ 大陸地區 (☐ 大陸、☐ 香港、☐ 澳門)

☐ 外國籍：_____

身分種類：☐ 自然人 ☒ 法人、公司、機關、學校

ID： 15458455

姓名： 姓： 名：

Family
name

Given
name

(簽章)

名稱：(中文) 臺灣永光化學工業股份有限公司

(英文) EVERLIGHT CHEMICAL INDUSTRIAL CORPORATION

(簽章)

代表人：(中文) 陳建信

(英文) CHEN, CHIEN-HSIN

(簽章)

地址：(中文) 臺北市敦化南路二段 77 號 6 樓

(英文) 6 Floor, No. 77, Sec. 2, Tun Hua South Road, Taipei

☐ 註記此申請人為應受送達人

聯絡電話及分機：

傳真：

E-MAIL：

Handwritten signature/initials

◎代理人：(多位代理人時，應將本欄位完整複製後依序填寫)

ID：A122908088

姓名：姓：陳

名：昭誠

(簽章)

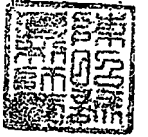
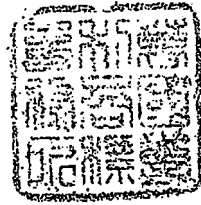
證書字號：專證字第 A0158 號

地址：萬國專利商標事務所 台北市博愛路 35 號 9 樓

聯絡電話及分機：(02)2381-7099

傳真：(02)2331-7068

E-MAIL：iprlouis@ms15.hinet.net



三、發明人：(共 4 人)(多位發明人時，應將本欄位完整複製後依序填寫)

(第 1 發明人)

ID：Q120275936

國籍：中華民國(R.O.C.)

姓名：姓：陳

名：建宇

Family name：CHEN

Given name：CHIEN-YU

(第 2 發明人)

ID：D121220177

國籍：中華民國(R.O.C.)

姓名：姓：高

名：禎隆

Family name：KAO

Given name：CHEN-LUNG

(第 3 發明人)

ID：B222015830

國籍：中華民國(R.O.C.)

姓名：姓：游

名：雅晴

Family name：YU

Given name：YA-CHING

(第 4 發明人)

ID：E221186191

國籍：中華民國(R.O.C.)

姓名：姓：黃

名：惠卿

Family name：HUANG

Given name：HUEI-CHIN

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：

※ 申請日：

※IPC 分類：

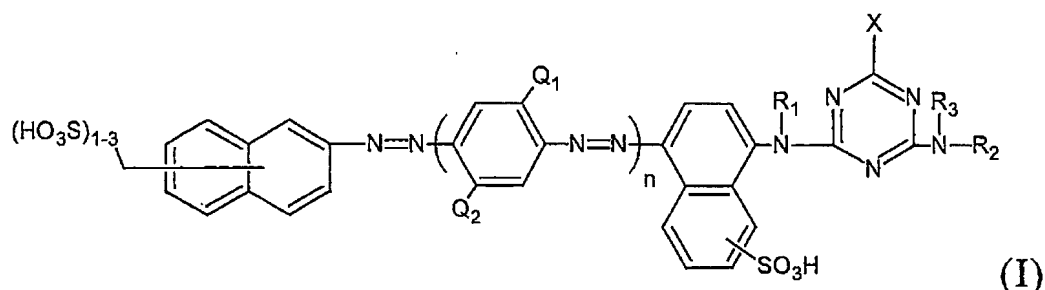
一、發明名稱：(中文/英文)

反應性染料

REACTIVE DYE

二、中文發明摘要：

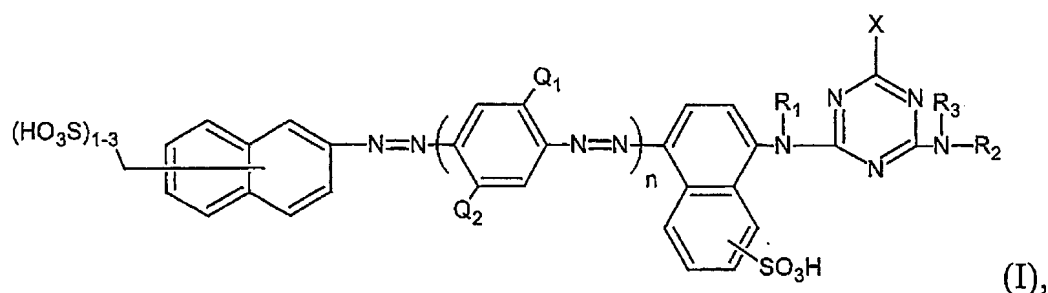
一種反應性染料，係具有下式(I)結構：



其中，X、R₁、R₂、R₃、n、Q₁、Q₂ 及(HO₃S)₁₋₃ 之定義如說明書所述。本發明之反應性染料具有優異之染深性、再現性及牢度的特性。

三、英文發明摘要：

A reactive dye of the formula (I):



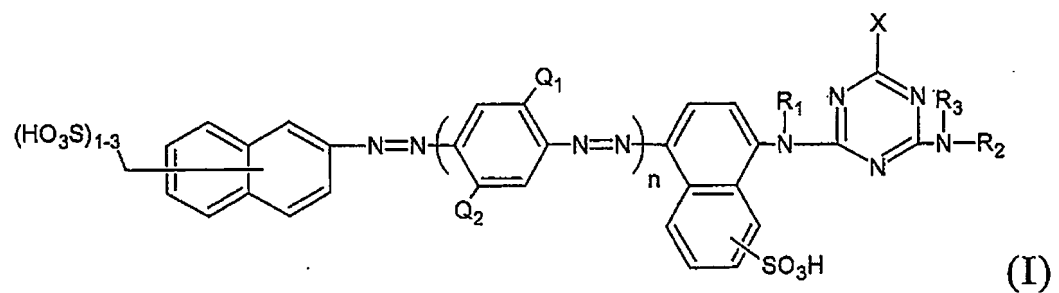
wherein X, R₁, R₂, R₃, n, Q₁, Q₂ and (HO₃S)₁₋₃ are defined in the specification. The reactive dye of the present invention has good dye depth, reproducibility and color fastness properties.

四、指定代表圖：本案無圖式。

(一)本案指定代表圖為：無。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：無。

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：



其中，X、R₁、R₂、R₃、n、Q₁、Q₂及(HO₃S)₁₋₃之定義如說明書所述。

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關於一種新穎反應性染料，尤指一種適用於含氫氧基或胺基纖維之浸染、冷染、連染、印花及數位噴印之新型反應性染料。

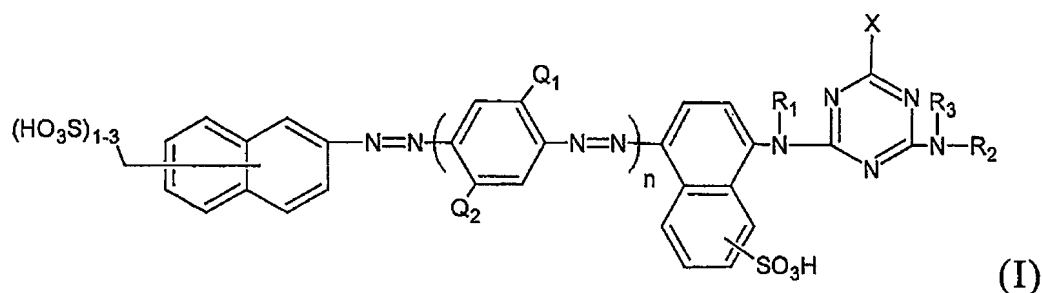
【先前技術】

現今流行之色彩趨勢，已轉向具有柔和色系的大地色，其色系包含褐色、灰色、卡其色、橄欖色、米色等。以往纖維素纖維之大地色系皆以甕染料(Vat dyestuffs)來染色，以甕染料對織物進行染色，具有良好再現性與牢度特性，但染程繁複且無亮色系，同時在染深色時效率較差，因此，以反應性染料取代甕染料，存在一定的市場與需求。

另外，第 WO2008/055805 號專利揭露一種反應性染料混合物，但市場上仍需要開發具有優異再現性及牢度之黃色和紅棕色反應性染料。

【發明內容】

為達成上揭及其他目的，本發明提供反應性染料，係具有下式(I)結構：



其中，X 為鹵素或羧基吡啶基(carboxypyridinium)；

R₁、R₂ 和 R₃ 係獨立選自氫原子、C₁₋₄ 烷基、C₁₋₄ 烷羧

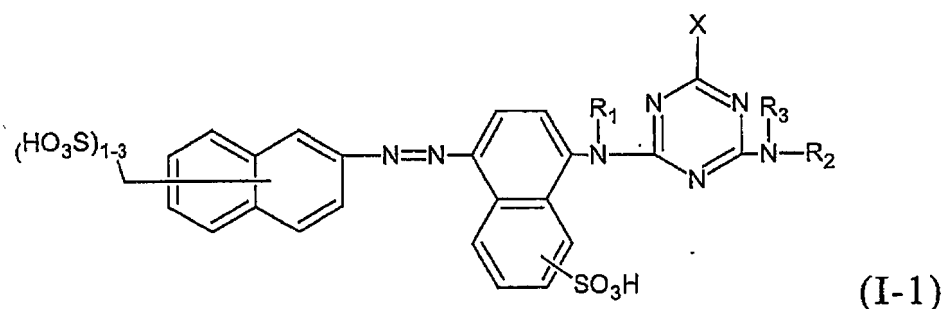
基(alkylcarbonyl)、苯基、 C_{1-4} 羥基烷基或磺酸基取代之苯基；

n 為 0 或 1；

Q_1 、 Q_2 係獨立選自氫原子、磺酸基、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 烷氧基(alkoxy)、 C_{1-4} 烷醯氨基(alkanoylamino)或脲基(ureido)；以及

$(HO_3S)_{1-3}$ 為 1 至 3 個磺酸基，係任意鍵結在萘基上。

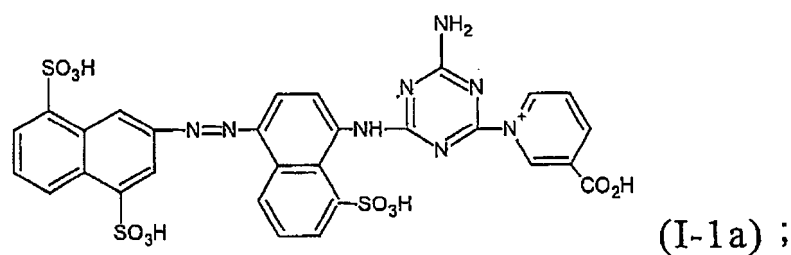
於一態樣中，式(I)結構中之 n 為 0，是以，該式(I)係具有下式(I-1)之結構：

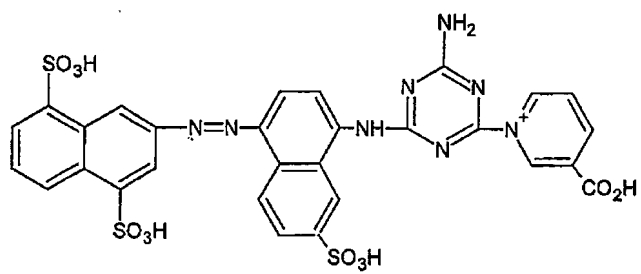


其中， X 為鹵素或羧基吡啶基；以及

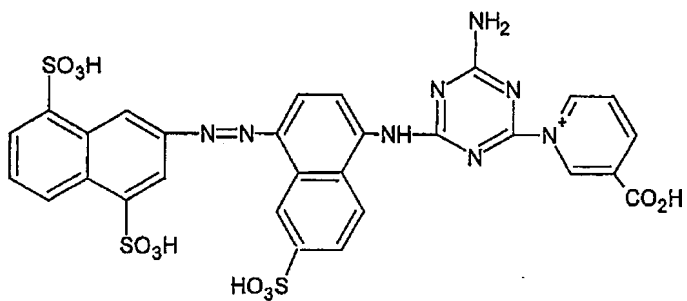
R_1 、 R_2 和 R_3 係獨立選自氫原子、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 烷羧基、苯基、 C_{1-4} 羥基烷基或磺酸基取代之苯基。

於一具體實施例中， X 為鹵素或羧基吡啶基；以及 R_1 、 R_2 和 R_3 係獨立選自氫原子、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 羥基烷基或磺酸基取代之苯基。例如，本發明之反應性染料，係具有下式(I-1a)、(I-1b)、(I-1c)、(I-1d)、(I-1e)、(I-1f)或(I-1g)之結構：

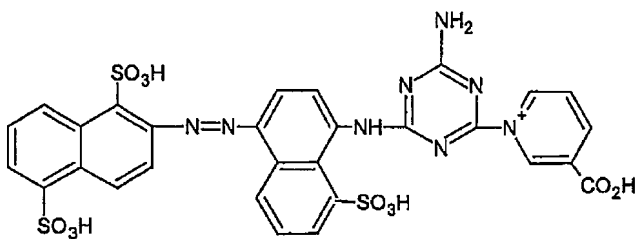




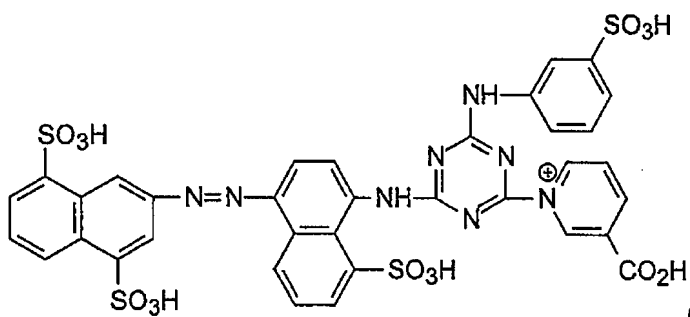
(I-1b) ;



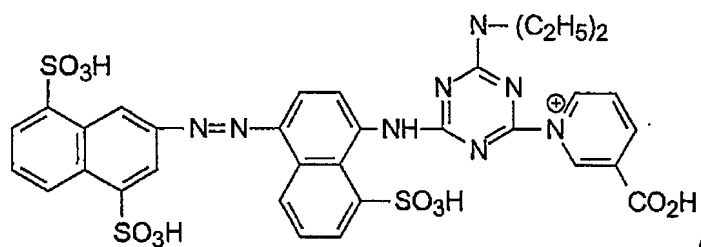
(I-1c) ;



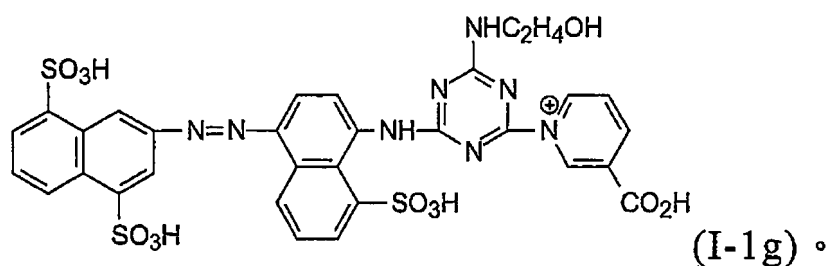
(I-1d) ;



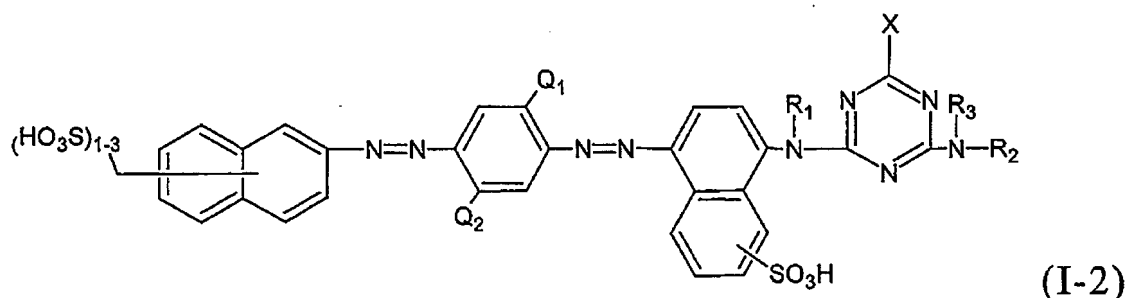
(I-1e) ;



(I-1f) ;



於又一態樣中，式(I)結構中之 n 為 1，是以，該式(I)係為下式(I-2) 之結構：

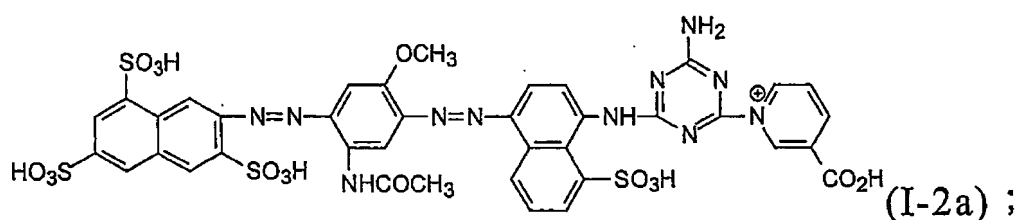


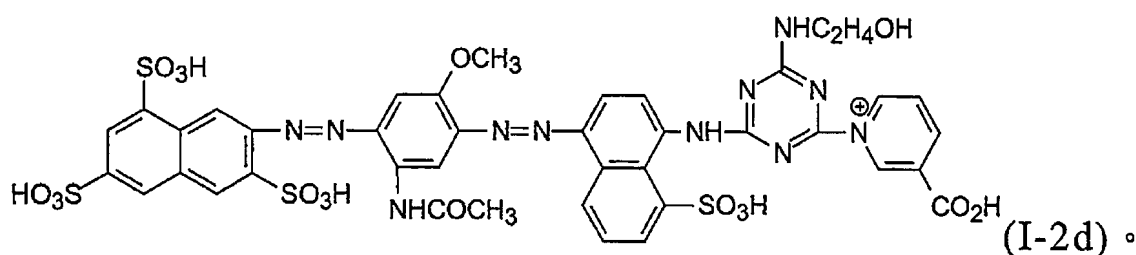
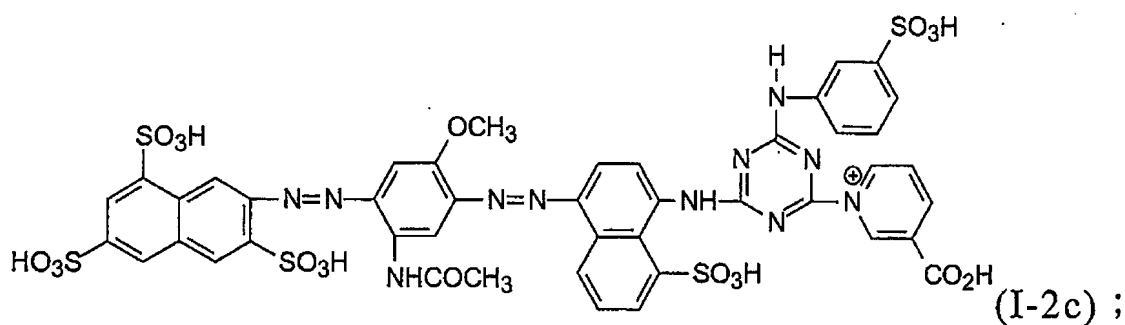
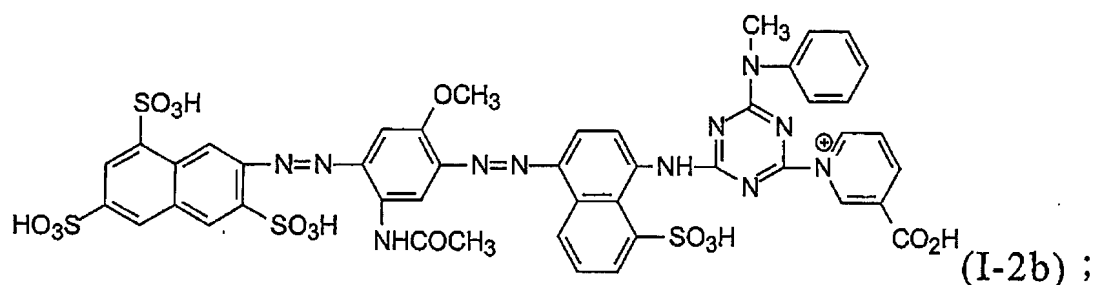
其中，X 為鹵素或羧基吡啶基；

R_1 、 R_2 和 R_3 係獨立選自氫原子、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 烷羰基、苯基、 C_{1-4} 羥基烷基或磺酸基取代之苯基；以及

Q_1 、 Q_2 係獨立選自氫原子、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 烷氧基或 C_{1-4} 烷鹽氨基。

於該具體實施例中，X 為鹵素或羧基吡啶基； R_1 、 R_2 和 R_3 係獨立選自氫原子、 C_{1-4} 烷基、苯基、 C_{1-4} 羥基烷基或磺酸基取代之苯基；以及 Q_1 、 Q_2 係獨立選自 C_{1-4} 烷氧基或 C_{1-4} 烷鹽氨基。例如，本發明之反應性染料，其中，係具有下式(I-2a)、(I-2b)、(I-2c)或(I-2d)結構：





本發明之反應性染料具有優異之染深性。相較於市售染料，本發明之反應性染料具較佳之染深性，應用於中溫浸染及冷壓染時，更具有再現性佳及優異牢度的特性。

【實施方式】

以下係藉由特定的具體實施例說明本發明之實施方式，熟習此技藝之人士可由本說明書所揭示之內容輕易地瞭解本發明之優點及功效。本發明亦可藉由其它不同之實施方式加以施行或應用，本說明書中的各項細節亦可基於不同觀點與應用，在不悖離本發明所揭示之精神下賦予不同之修飾與變更。

本發明為了說明方便，在說明書中化合物皆以自由酸

的形式表示，但本發明中的染料在被製造或使用時，常會以水溶性鹽的形式存在，合適的鹽可以是鹼金屬、鹼土金屬、銨鹽或有機胺鹽，其中較佳者為鈉鹽、鉀鹽、鋰鹽、銨鹽或三乙醇胺(triethanolamine)鹽。

本發明之染料可以習知的方法製備，其製備的反應順序並沒有很嚴格的限制，可以是先將發色團製備好，然後再合成所需要的染料；也可以在染料的製備過程中，才合成發色團。

本發明之染料適用於纖維材料，尤指纖維素纖維材料，以及含纖維素纖維之纖維材料的染色或印花。此纖維材料並無特殊限制，可以是天然或再生的纖維素纖維，例如棉、麻、亞麻、大麻、苧麻、黏液螺紫，或是含纖維素系纖維的纖維材料。本發明之染料同樣也適用於含羥基纖維的纖維摻混織物的染色和印花。

本發明之染料可以用各種方式固色於纖維上，特別是以水性染料溶液和印染糊形式。並以浸染、連染、冷壓染、印染和數位噴印等方式進行染色與印花。

本發明之染色或印染可照一般習知、慣用的方法進行，浸染法(exhaustion dyeing)是採用熟知的無機中性鹽(如無水硫酸鈉及氯化鈉)及熟知的酸結合劑(如碳酸鈉、氫氧化鈉)單獨或混合使用。無機中性鹽和鹼的用量並不是很重要，無機中性鹽和鹼可以依傳統方法一次或分次加入染浴中。此外，也可以依傳統方法加入助染劑(如均染劑、緩染劑等)，染色溫度通常是介於 40°C 至 90°C，較佳的是 50°C 至 70°C。

冷壓染法是使欲染色的物質，利用熟知的無機中性鹽(如無水硫酸鈉及氯化鈉)及熟知的酸結合劑(如碳酸鈉、氫氧化鈉)軋染，然後在室溫下，使所得的物質成捲置形式進行染色。

連續染色法是使熟知的酸結合劑(如碳酸鈉或碳酸氫鈉)和軋染液混合，依常法使欲染色之物質進行軋染，然後使所得物質乾熱或汽蒸固色；兩浴軋染法是以染料使欲染色之物質進行軋染，然後以熟知的無機中性鹽(如硫酸鈉或矽酸鈉)處理，最好依常法將處理過的物質乾燥或汽蒸固色。

以下實例在說明本發明，本發明之申請專利範圍並不會因此而受限制。若無特別註明，則溫度為攝氏溫度，份數及百分比係以重量計。

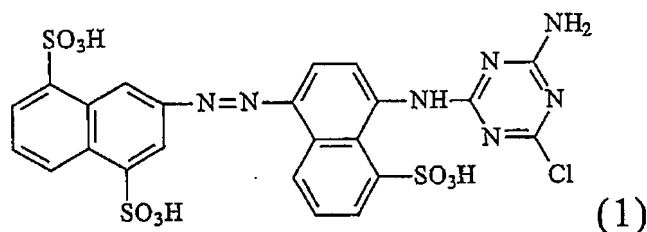
實施例 1

(1)將 30.2 份的 2-萘胺-4,8-二磺酸(2-Naphthylamine-4,8-disulfonic acid)分散在 300 份冰水中，接著加入 28.5 份的 32%HCl 水溶液於其中充分攪拌，接著再緩慢加入 6.9 份的亞硝酸鈉水溶液，然後於 0 至 5°C 下持續攪拌 1 小時。接著緩慢加入 22.3 份的 1-萘胺-8-磺酸(1-Naphthylamine-8-sulfonic acid)，以碳酸氫鈉調整酸鹼值至 3，於溫度 10 至 15°C 下攪拌 3 小時，得到反應液。

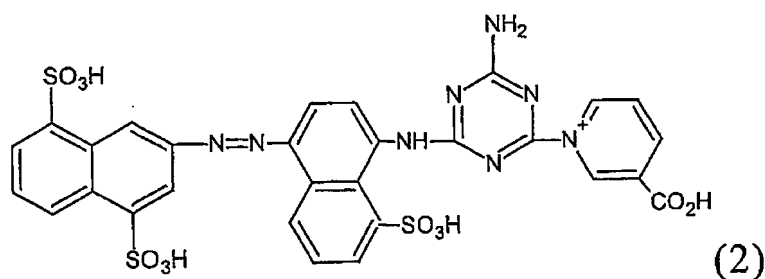
(2)將 100 份冰水中含 18.4 份三聚氰氯(Cyanuric chloride)的分散液緩慢倒入反應液中，以碳酸氫鈉調整酸鹼值至 5 至 6，於溫度 10 至 15°C 下攪拌 3 小時，經過濾後

即得到反應液。

(3)接著再將反應液以 24% 氨水水溶液調整酸鹼值維持在 10 至 11，升溫至 40 至 45°C，持續攪拌 2 小時，經鹽析取出得到產物(1)。



(4)將產物(1)分散於 300 份水中，加入 12.3 份尼古丁酸(Pyridine-3-carboxylic acid)，升溫至 70 至 80°C，持續攪拌 3 小時，經鹽析取出得到橘黃色產物(2)，即式(I-1a)化合物($\lambda_{\max}=405\text{nm}$)。



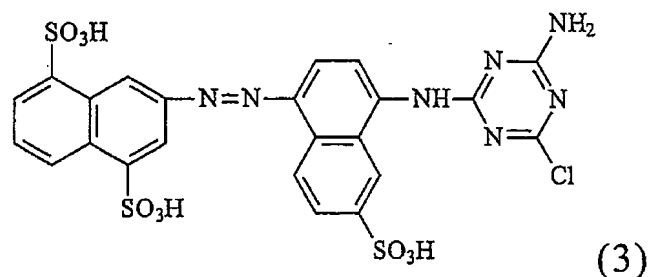
實施例 2

(1)將 30.2 份的 2-萘胺-4,8-二磺酸(2-Naphthylamine-4,8-disulfonic acid)分散在 300 份冰水中，接著加入 28.5 份的 32% HCl 水溶液於其中充分攪拌，接著再加入 6.9 份的亞硝酸鈉水溶液，然後於 0 至 5°C 下持續攪拌 1 小時。接著緩慢加入 22.3 份的 1-萘胺-7-磺酸(1-Naphthylamine-7-sulfonic acid)，以碳酸氫鈉調整酸鹼值至 3，於溫度 10 至 15°C 下攪拌至 3 小時，得到反應液。

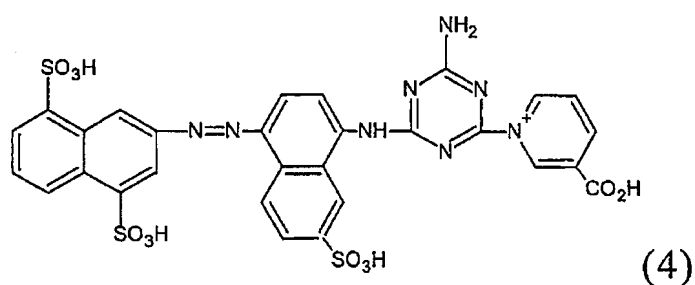
(2)將 100 份冰水中含 18.4 份三聚氰氣(Cyanuric

chloride)的分散液緩慢倒入反應液中，以碳酸氫鈉調整酸鹼值至 5 至 6，於溫度 10 至 15°C 下攪拌至 2 小時，經過濾後即得到反應液。

(3)接著再將反應液以 24%氨水水溶液調整酸鹼值維持在 10 至 11，升溫至 40 至 45°C，持續攪拌 2 小時，經鹽析取出得到產物(3)。



(4)將產物(3)分散於 300 份水中，加入 12.3 份尼古丁酸(Pyridine-3-carboxylic acid)，升溫至 70 至 80°C，持續攪拌到 3 小時，經鹽析取出得到黃色產物(4)，即式(I-1b)化合物($\lambda_{\max}=400\text{nm}$)。



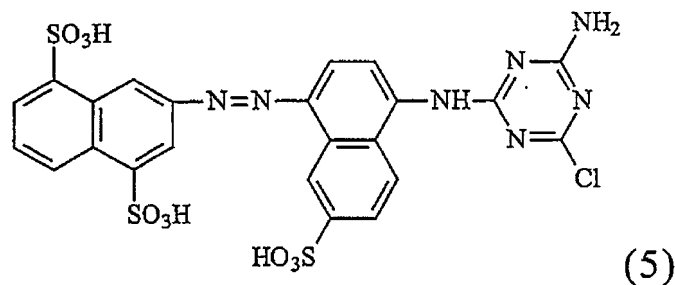
實施例 3

(1)將 30.2 份的 2-萘胺-4,8-二磺酸(2-Naphthylamine-4,8-disulfonic acid)分散在 300 份冰水中，接著加入 28.5 份的 32%HCl 水溶液於其中充分攪拌，接著再加入 6.9 份的亞硝酸鈉水溶液，然後於 0 至 5°C 下持續攪拌 1 小時。接著緩慢加入 22.3 份的 1-萘胺-6-磺酸

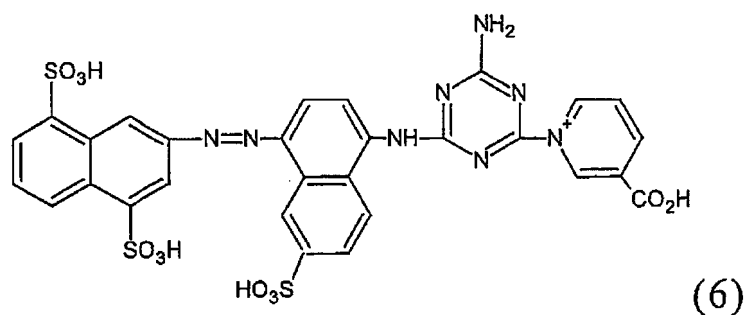
(1-Naphthylamine-6-sulfonic acid), 以碳酸氫鈉調整酸鹼值至 3, 於溫度 10 至 15°C 下攪拌至 3 小時, 得到反應液。

(2) 將 100 份冰水中含 18.4 份三聚氰氯(Cyanuric chloride)的分散液緩慢倒入反應液中, 以碳酸氫鈉調整酸鹼值至 5 至 6, 於溫度 10 至 15°C 下攪拌 2 小時, 經過濾後即得到反應液。

(3) 接著再將反應液以 24% 氨水水溶液調整酸鹼值維持在 10 至 11, 升溫至 40 至 45°C, 持續攪拌到 2 小時, 經鹽析取出得到產物(5)。



(4) 將產物(5)分散於 300 份水中, 加入 12.3 份尼古丁酸(Pyridine-3-carboxylic acid), 升溫至 70 至 80°C, 持續攪拌到 3 小時, 經鹽析取出得到黃色產物(6), 即式(I-1c)化合物($\lambda_{\max}=400\text{nm}$)。



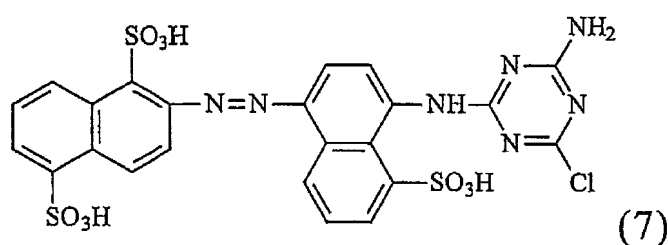
實施例 4

(1) 將 30.2 份的 2-萘胺-1,5-二磺酸(2-Naphthylamine-1,5-disulfonic acid)分散在 300 份冰水中, 接著加入 28.5 份

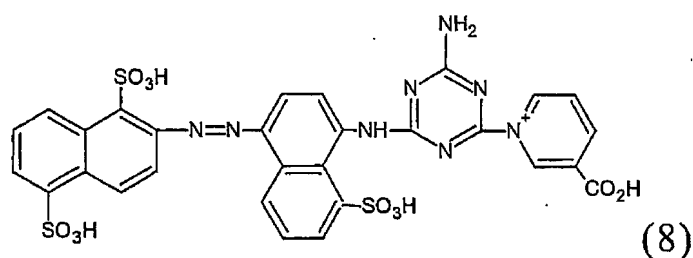
的 32% HCl 水溶液於其中充分攪拌，接著再加入 6.9 份的亞硝酸鈉水溶液，然後於 0 至 5°C 下持續攪拌至 1 小時。接著緩慢加入 22.3 份的 1-萘胺-8-磺酸 (1-Naphthylamine-8-sulfonic acid)，以碳酸氫鈉調整酸鹼值至 6，於溫度 10 至 15°C 下攪拌至 3 小時，得到反應液。

(2) 將 100 份冰水中含 18.4 份三聚氰氯 (Cyanuric chloride) 的分散液緩慢倒入反應液中，以碳酸氫鈉調整酸鹼值至 9 至 9.5，於溫度 8 至 10°C 下攪拌 3 小時，經過濾後即得到反應液。

(3) 接著再將反應液以 24% 氨水水溶液調整酸鹼值維持在 10 至 11，升溫至 40 至 45°C，持續攪拌到 2 小時，經鹽析取出得到產物 (7)。



(4) 將產物 (7) 分散於 300 份水中，加入 12.3 份尼古丁酸 (Pyridine-3-carboxylic acid)，升溫至 70 至 80°C，持續攪拌到 2 小時，經鹽析取出得到黃色產物 (8)，即式 (I-1d) 化合物 ($\lambda_{\max}=400\text{nm}$)。

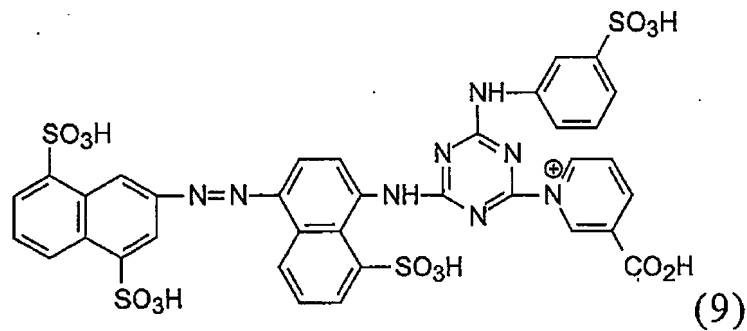


製備實施例 5 至 7：

參考實施例 1 至 4 所述之步驟，可製備以下含尼古丁酸之反應性染料，得到純度高、染深性佳、且具有良好牢度特性之染料。

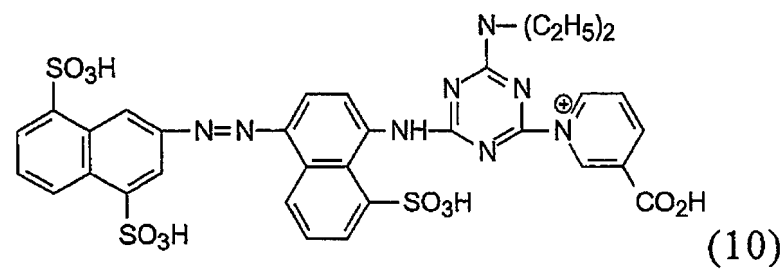
實施例 5

可得到黃色產物(9)，即式(I-1e)化合物($\lambda_{\max}=402\text{nm}$)



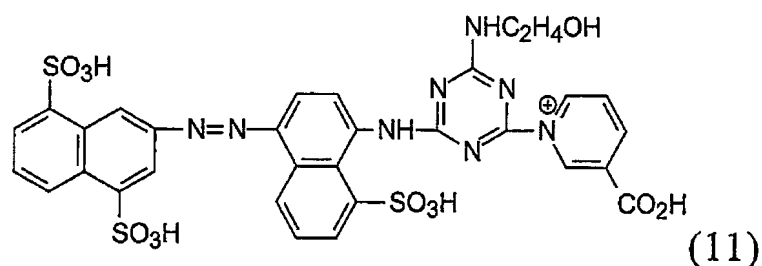
實施例 6

可得到黃色產物(10)，即式(I-1f)化合物($\lambda_{\max}=408\text{nm}$)



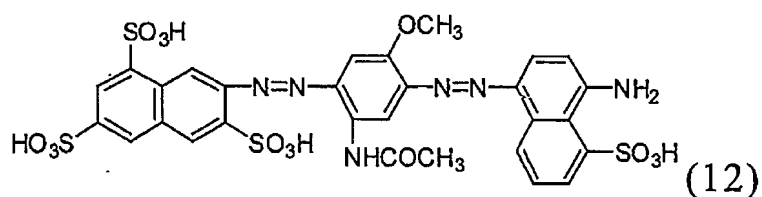
實施例 7

可得到黃色產物(11)，即式(I-1g)化合物($\lambda_{\max}=406\text{nm}$)



實施例 8

(1)將 57.5 份的 2-萘胺-3,6,8-三磺酸(2-naphthylamine-3,6,8-trisulfonic acid)均勻分散於 225 份冰水中，緩慢加入 45 份的亞硝酸鈉水溶液，然後在 8 到 15°C 下攪拌 1 小時。接著加入 27.03 份的 3-氨基-4-甲氧基乙醯苯胺(3-amino-4-methoxyacetanilide)，並用 45%氫氧化鈉水溶液將 pH 維持在 5 至 5.5，於 20°C 下攪拌 2 小時。加入 36.87 份的 32%鹽酸水溶液，然後緩慢加入 45 份的亞硝酸鈉水溶液，於 5 至 10°C 下攪拌 1 小時。再將 32.82 份的 1-萘胺-8-磺酸(1-naphthylamine-8-sulfonic acid)在 10 至 15°C 下加入重氮溶液中，並用 45%氫氧化鈉水溶液維持 pH 在 6 至 6.5 攪拌 2 小時，最後經鹽析取得產物(12)。

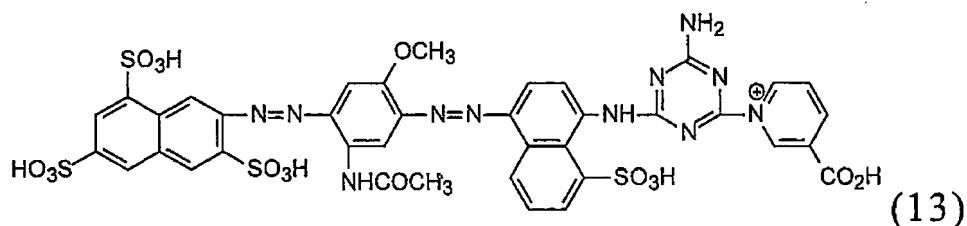


(2)將 24.91 份三聚氰氯(Cyanuric chloride)分散在 40 份冰水中，並在 0 至 5°C 下加入到產物(12)的水溶液中，以 15%碳酸鈉水溶液將 pH 維持在 6 至 7，並進一步將溫度維持在 10 至 15°C 下攪拌 1 小時。

(3)取 16.55 份的 24%氨水加入上述(2)所得反應液中，

(7)

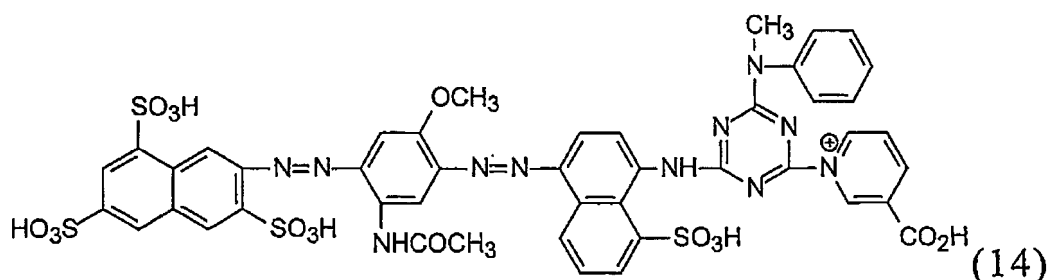
在 40 至 45°C 下攪拌 1 小時。接著加入 28.25 份的尼古丁酸(Pyridine-3-carboxylic acid)，升溫到 80 至 90°C，攪拌 5 小時，即可得到紅棕色產物(13)，即式(I-2a)化合物。(λ_{max}=481nm)



實施例 9

(1) 將 24.91 份三聚氰氯(Cyanuric chloride)分散在 40 份冰水中，並在 0 至 5°C 下加入到產物(12)的溶解液中，以 15%碳酸鈉水溶液將 pH 維持在 6 至 7，並進一步將溫度維持在 10 至 15°C 下攪拌 1 小時。

(2)取 14.77 份的甲苯胺(N-methyl aniline)加入上述(1)所得反應液中，在 40 至 45°C 下攪拌 1 小時。接著加入 28.25 份的尼古丁酸(Pyridine-3-carboxylic acid)，升溫到 80 至 90 °C，攪拌 5 小時，即可得到紅棕色產物(14)，即式(I-2b)化合物。(λ_{max}=520nm)

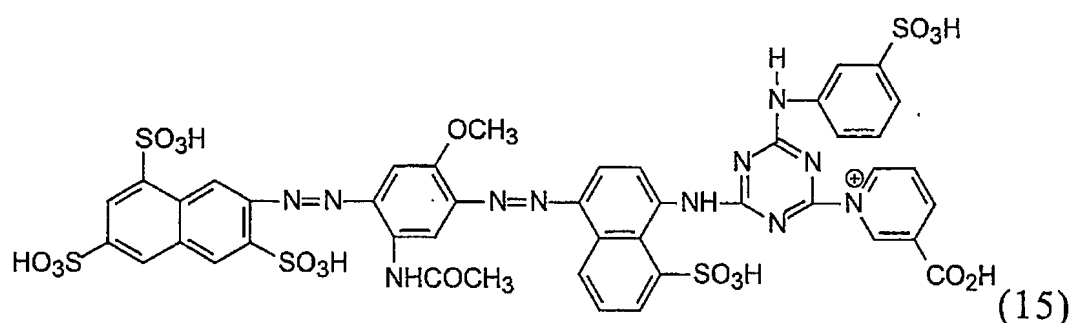


實施例 10

(1)將 24.91 份三聚氰氯(Cyanuric chloride)分散在 40 份冰水中，並在 0 至 5°C 下加入到產物(12)的水溶液中，以

15%碳酸鈉水溶液將 pH 維持在 6 至 7，並進一步將溫度維持在 10 至 15°C 下攪拌 1 小時。

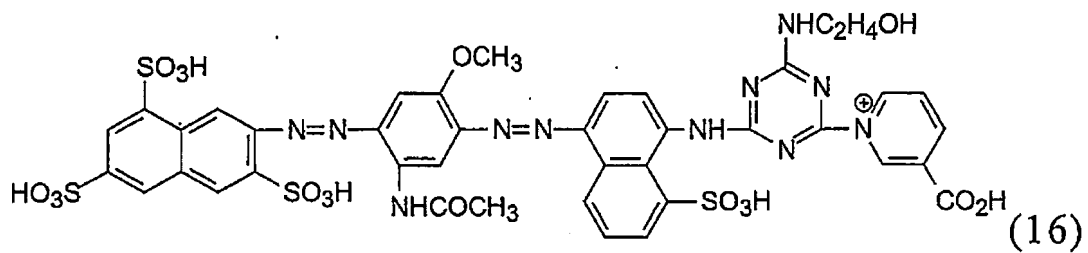
(2)取 23.86 份的 1-苯胺-3-磺酸(Metanilic acid)加入上述(1)所得反應液中，在 40 至 45°C 下攪拌 1 小時。接著加入 28.25 份的尼古丁酸(Pyridine-3-carboxylic acid)，升溫到 80 至 90°C，攪拌 5 小時，即可得到紅棕色產物(15)，即式(I-2c)化合物。(λ max=520nm)



實施例 11

(1)將 24.91 份三聚氰氯(Cyanuric chloride)分散在 40 份冰水中，並在 0 至 5°C 下加入到產物(12)的水溶液中，以 15%碳酸鈉水溶液將 pH 維持在 6 至 7，並進一步將溫度維持在 10 至 15°C 下攪拌 1 小時。

(2)取 8.42 份的乙醇胺(Ethanolamine)加入上述(1)所得反應液中，在 40 至 45°C 下攪拌 1 小時。接著加入 28.25 份的尼古丁酸(Pyridine-3-carboxylic acid)，升溫到 80 至 90°C，攪拌 5 小時，即可得到紅棕色產物(16)，即式(I-2d)化合物。(λ max=530nm)



試驗例 1

取實施例 8 染料 1 份，完全溶於 100 份蒸餾水中，以配成染料液，將染料液 20 份注入染杯中，加入芒硝 4.8 份，再以蒸餾水將染液加到總量 75 份，再加入 320 克/升之純鹼水溶液 5 份。取 4 份全棉平織布放入染液中，上蓋鎖緊後下上搖動使染料均勻後，將此染杯放入恆溫槽中，啟動旋轉鈕，30 分鐘升溫至 60°C 後保溫 60 分鐘固色。染色完成後，取出布樣以冷水沖洗，再經一般清洗、脫水、烘乾程序，得到紅棕色染物具備優良的染深性及上色率。

註：染深性之測定：K/S 值為表觀色深或是表面色度深度，是衡量織物表面色值深淺的一種指標。其測定方式是通過測定織物反射率來評定，用分光光度計分別測量遮蓋部分和不遮蓋部分的反射率(R)，然後換算成色深值(K/S)，即一般染色學上所熟知的公式：

$$K/S = (1-R)^2 / 2R$$

試驗例 2

取 3 份實施例 1 所製備的染料溶於 100 毫升水中，配製成 30 份/升壓染液；取鹼劑 25 毫升(使用苛性鈉 15 毫升/升和芒硝 30 份/升)加入於壓染液中均勻攪拌，所得混合液倒入羅拉(Roller)壓染器中，然後將棉織物經過羅拉壓染

後，再捲成軸狀。此形態棉織物在室溫下儲存 4 小時。然後，將所得到黃色染物先經冷水洗，再經沸騰熱水洗 10 分鐘，然後經沸騰之非離子清潔劑皂洗 10 分鐘，最後再用冷水洗清一次，乾燥後可得到黃色染物具備優良的染深性及上色率。

試驗例 3--浸染染深性比較測試

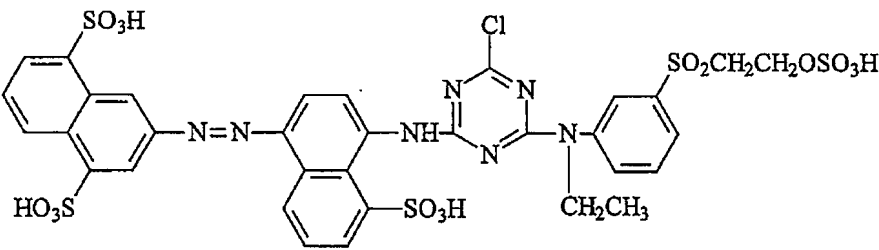
取實施例 1 之染料與比較樣 1 的染料，並依照試驗例 1 之方法，以不同染料液濃度(o.w.f.)進行浸染染深性比較，所得結果記錄於下表 1 中。

註：o.w.f.定義即以織物重量為基準(on weight of fabric)。

表 1

染料(o.w.f)	浸染染深性(K/S)			
	1%	2%	4%	8%
實施例 1 之染料	5.30	9.49	16.33	21.61
比較樣 1	3.15	6.32	12.48	18.90

比較樣 1：



經比較，本發明實施例 1 所得之染料，在中溫型浸染染色上，確實具有優異之染深性。

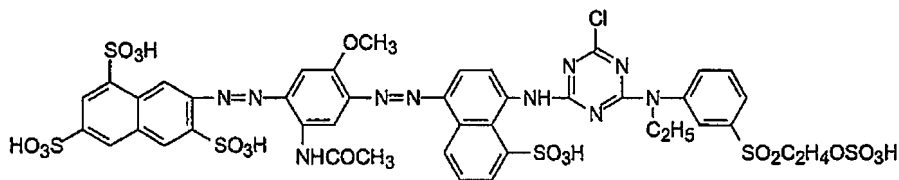
試驗例 4--冷壓染(Cold Pad Batch)染深性比較測試

取實施例 8 之染料與比較樣 2 的染料，並依照試驗例 2 之方法，以不同染料液濃度(g/l)，進行染深性比較，所得結果記錄於下表 2 中。

表 2

染 料	K/S (冷壓染:16 小時)		
	15g/l	30g/l	60g/l
實施例 8 之染料	8.134	11.323	13.030
比較樣 2	5.185	8.000	9.820

比較樣 2：



經比較，實施例 8 所得之染料，在冷壓染染色之應用上，亦具有優異之染深性。

故相較於比較樣 1 及比較樣 2 之反應性染料，本發明之反應性染料具有較高的染深性，應用於中溫浸染及冷壓染時，更具有再現性佳的特性。相較於該市售染料，本發明之反應性染料在染深性、水洗性及牢度方面上，亦具有相當之性質。

上述實施例僅例示性說明本發明之原理及其功效，而非用於限制本發明。任何熟習此項技藝之人士均可在不違背本發明之精神及範疇下，對上述實施例進行修飾與改

變。因此，舉凡所屬技術領域中具有通常知識者在未脫離本發明所揭示之精神與技術思想下所完成之一切等效修飾或改變，仍應由後述之申請專利範圍所涵蓋。

【圖式簡單說明】

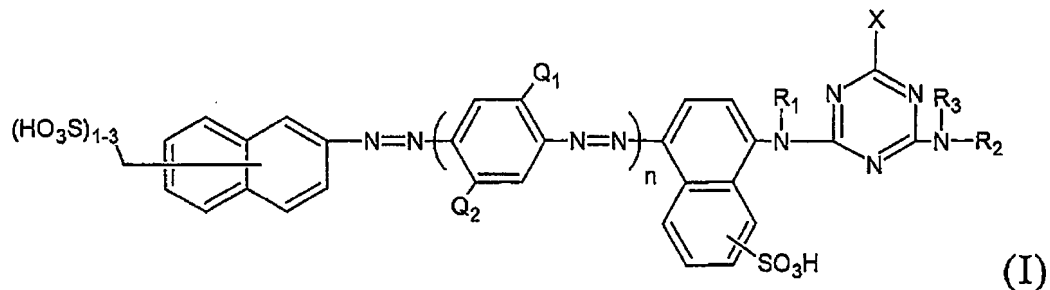
無。

【主要元件符號說明】

無。

七、申請專利範圍：

1. 一種反應性染料，係具有下式(I)結構：



其中，X 為鹵素或羧基吡啶基；

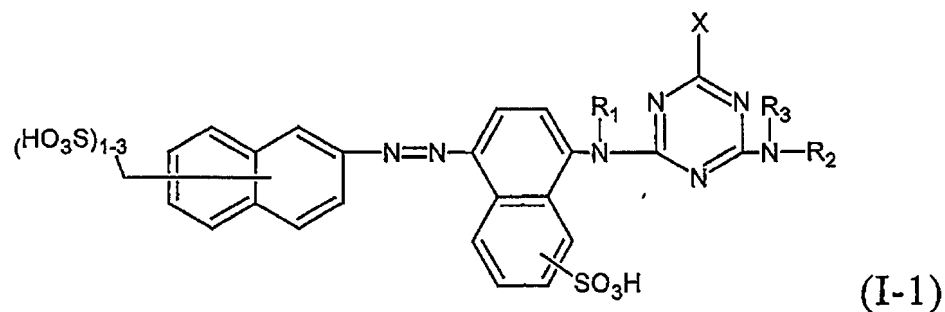
R_1 、 R_2 和 R_3 係獨立選自氫原子、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 烷羰基、苯基、 C_{1-4} 羥基烷基或磺酸基取代之苯基；

n 為 0 或 1；

Q_1 、 Q_2 係獨立選自氫原子、磺酸基、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 烷氧基、 C_{1-4} 烷鹽氨基或脲基；以及

$(HO_3S)_{1-3}$ 為 1 至 3 個磺酸基。

2. 如申請專利範圍第 1 項所述之反應性染料，其中，該式 (I) 係為下式 (I-1)：



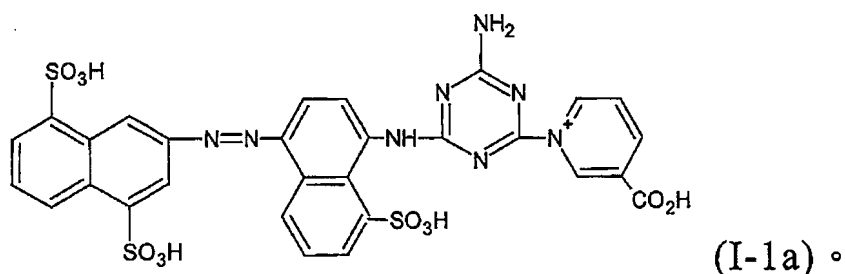
其中，X 為鹵素或羧基吡啶基；以及

R_1 、 R_2 和 R_3 係獨立選自氫原子、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 烷羰基、苯基、 C_{1-4} 羥基烷基或磺酸基取代之苯基。

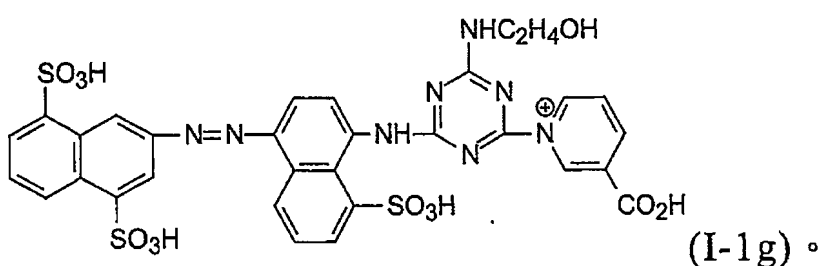
3. 如申請專利範圍第 2 項所述之反應性染料，其中，X 為鹵素或羧基吡啶基；以及 R_1 、 R_2 和 R_3 係獨立選自氫原

子、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 羥基烷基或磺酸基取代之苯基。

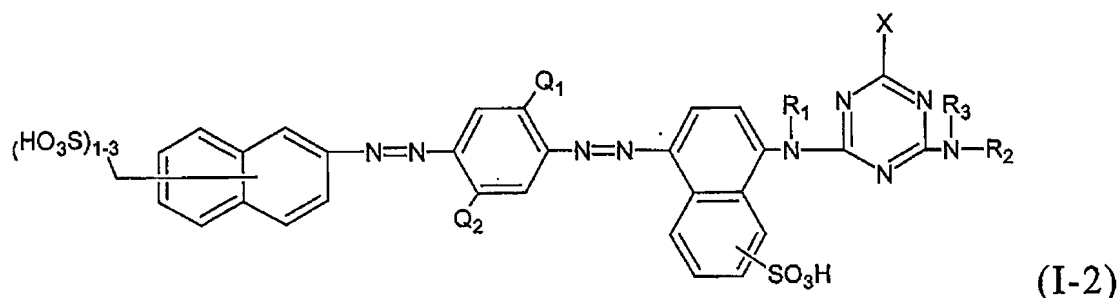
4. 如申請專利範圍第 3 項所述之反應性染料，係具有下式 (I-1a) 結構：



5. 如申請專利範圍第 3 項所述之反應性染料，係具有下式 (I-1g) 結構：



6. 如申請專利範圍第 1 項所述之反應性染料，其中，該式 (I) 係為下式 (I-2)：



其中，X 為鹵素或羧基吡啶基；

R_1 、 R_2 和 R_3 係獨立選自氫原子、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 烷羰基、苯基、 C_{1-4} 羥基烷基或磺酸基取代之苯基；以及

Q_1 、 Q_2 係獨立選自氫原子、 C_{1-4} 烷基、 C_{1-4} 烷氧基

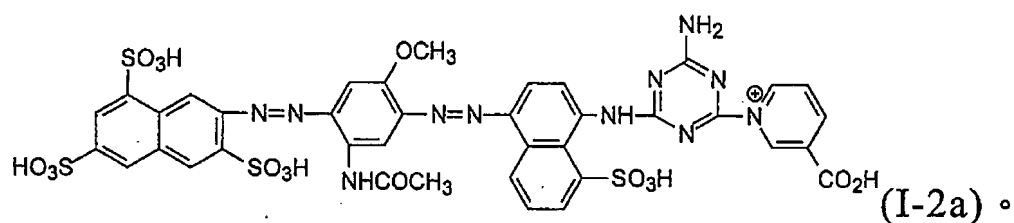
或 C_{1-4} 烷鹽氨基。

7. 如申請專利範圍第 6 項所述之反應性染料，其中，X 為鹵素或羧基吡啶基；

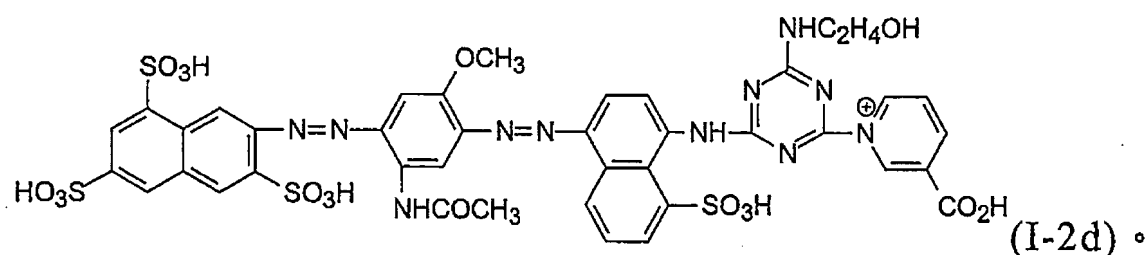
R_1 、 R_2 和 R_3 係獨立選自氫原子、 C_{1-4} 烷基、苯基、 C_{1-4} 羥基烷基或磺酸基取代之苯基；以及

Q_1 、 Q_2 係獨立選自 C_{1-4} 烷氧基或 C_{1-4} 烷鹽氨基。

8. 如申請專利範圍第 7 項所述之反應性染料，其中，係具有下式(I-2a)結構：



9. 如申請專利範圍第 7 項所述之反應性染料，其中，係具有下式(I-2d)結構：



REACTIVE DYE

1. Field of Invention

The present invention relates to novel reactive dyes, and more particularly, to a novel reactive dye for a fiber having hydroxyl groups or amino groups in exhausting dyeing, cold pad batch dyeing, continuous dyeing, printing and digital printing.

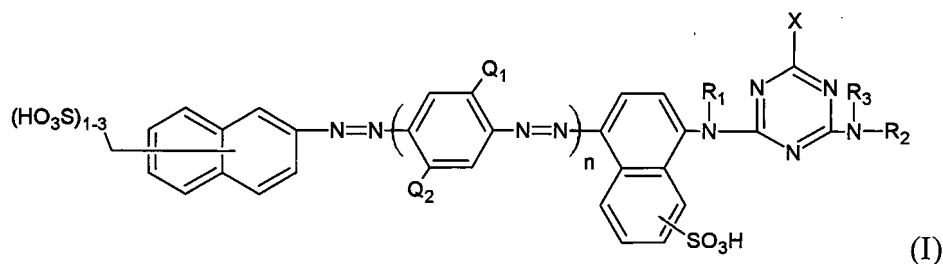
2. Background of the Invention

The current fashion color is earth-tone color such as brown, grey, khaki, olive and beige. The fabrics with earth-tone color are formed from dyeing fabrics with vat dyestuffs and have good reproducibility and fastness. However, the dyeing procedure is complicated, no bright color is formed in such dyeing procedure, and the build-up property is poor. Therefore, there is a need to develop a new dye to improve vat dyestuffs.

In addition, WO2008/055805 discloses a reactive dye mixture. However, there is a need to develop single yellow or red brown reactive dyes having great reproducibility and fastness.

SUMMARY OF THE INVENTION

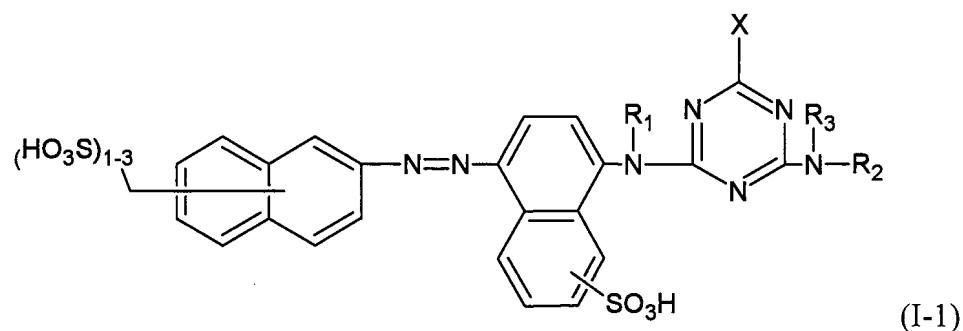
The present invention provides a reactive dye having the structure of formula (I):



wherein X is a halo or carboxypyridinium; R₁, R₂ and R₃ are independently hydrogen, C₁₋₄alkyl, C₁₋₄alkylcarbonyl, benzyl, C₁₋₄hydroxyalkyl or sulfobenzyl; n is 0 or 1; Q₁ and Q₂ are independently hydrogen, sulfo, C₁₋₄alkyl, C₁₋₄alkoxy, C₁₋₄alkanoylamino or

ureido; and $(\text{HO}_3\text{S})_{1-3}$ is 1 to 3 sulfo groups optionally bound to naphthyl.

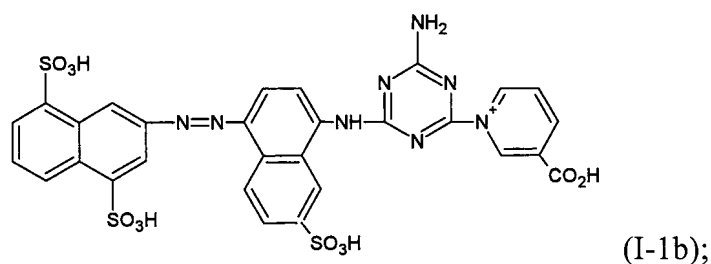
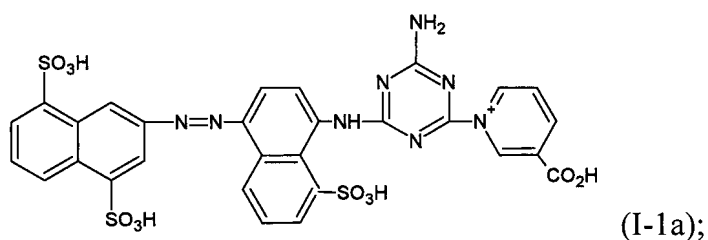
In one embodiment, n is 0 in the formula (I), and the reactive dye of the present invention has the structure of formula (I-1):

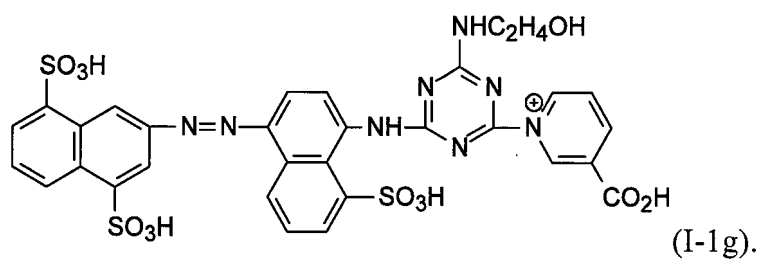
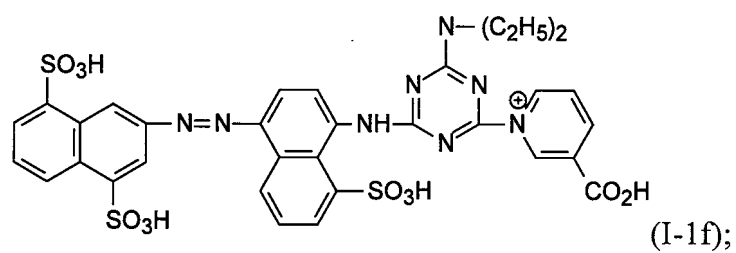
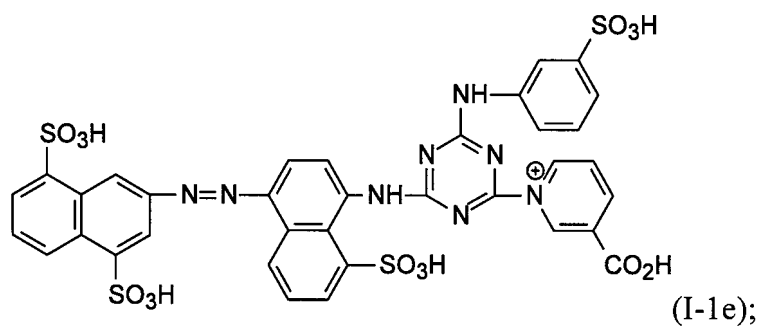
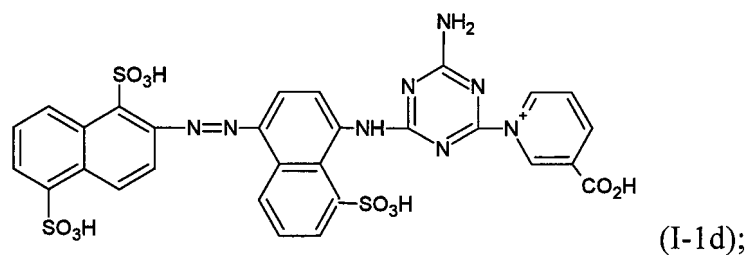
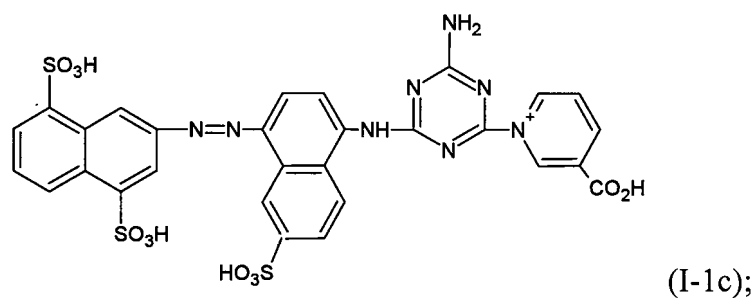


- 5 wherein X is a halo or carboxypyridinium; and R_1 , R_2 and R_3 are independently hydrogen, C_{1-4} alkyl, C_{1-4} alkylcarbonyl, benzyl, C_{1-4} hydroxyalkyl or sulfobenzyl.

In one embodiment, X is a halo or carboxypyridinium; and R_1 , R_2 and R_3 are independently hydrogen, C_{1-4} alkyl, C_{1-4} hydroxyalkyl or sulfobenzyl. For example, the reactive dye of the present invention has the structure of (I-1a), (I-1b), (I-1c), (I-1d),

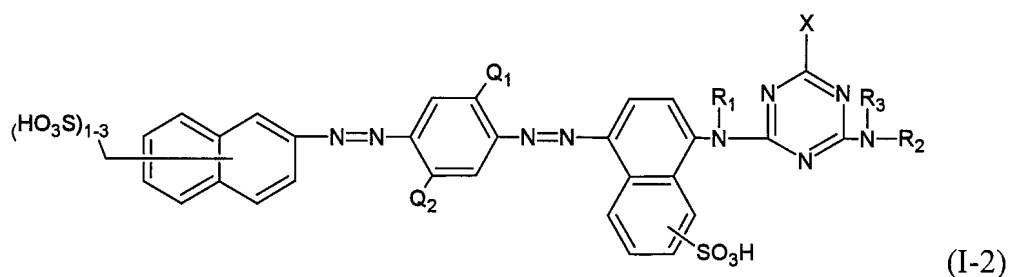
- 10 (I-1e), (I-1f) or (I-1g):





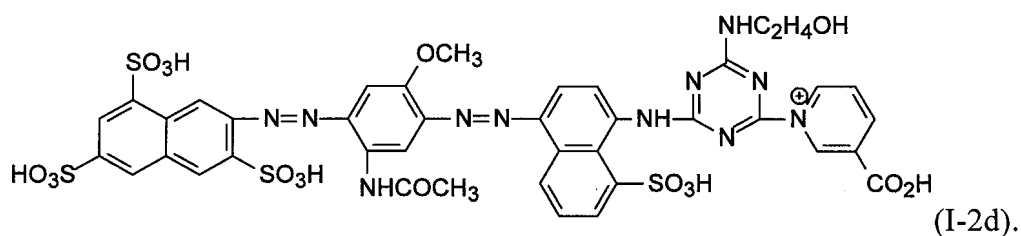
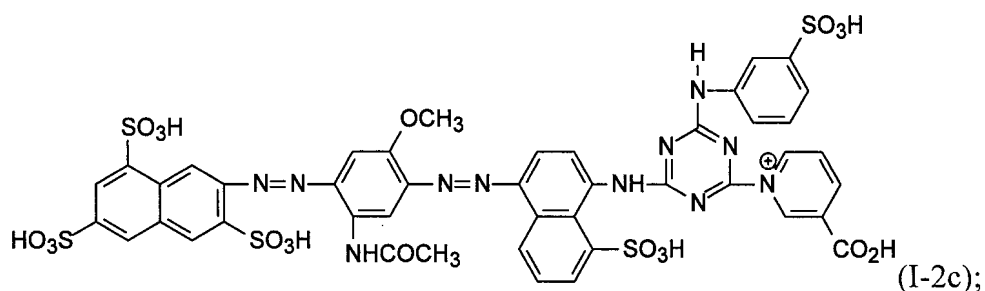
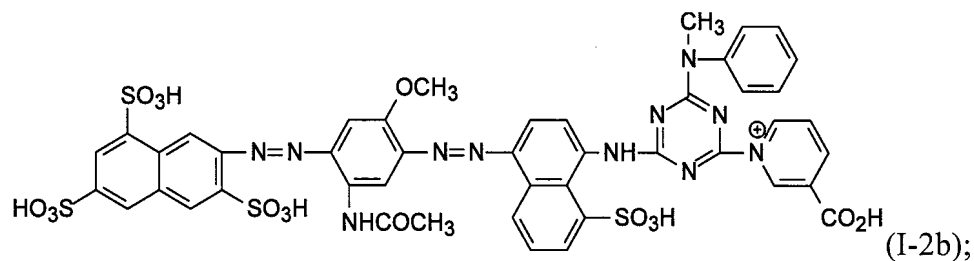
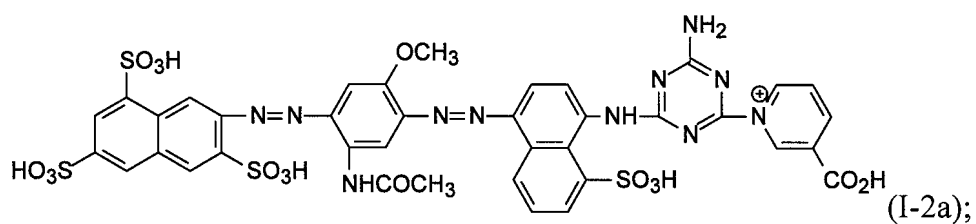
5

In one embodiment, n is 1 in the formula (I), and the reactive dye of the present invention has the structure of formula (I-2):



wherein X is a halo or carboxypyridinium; R₁, R₂ and R₃ are independently hydrogen, C₁₋₄alkyl, C₁₋₄alkylcarbonyl, benzyl, C₁₋₄hydroxyalkyl or sulfobenzyl; and Q₁ and Q₂ are independently hydrogen, C₁₋₄alkyl, C₁₋₄alkoxy or C₁₋₄alkanoylamino.

- 5 In the embodiment, X is a halo or carboxypyridinium; R₁, R₂ and R₃ are independently hydrogen, C₁₋₄alkyl, benzyl, C₁₋₄hydroxyalkyl or sulfobenzyl; **and** Q₁ and Q₂ are independently C₁₋₄alkoxy or C₁₋₄alkanoylamino. For example, the reactive dye of the present invention has the structure of formula (I-2a), (I-2b), (I-2c) or (I-2d):



The reactive dye of the present invention has great build-up property. In comparison with the commercial dyes, the reactive dye of the present invention has better build-up property, and has better reproducibility and dyeing fastness in mid-temperature exhausting dyeing and cold pad batch dyeing.

5 **DETAILED DESCRIPTION OF THE PREFERED EMBODIMENTS**

The following specific examples are used for illustrating the present invention. A person skilled in the art can easily conceive the other advantages and effects of the present invention.

For illustration, all compounds in the specification are presented as free acids; however, the reactive dye of the present invention would be in the form of water-soluble salts, wherein the salts may be alkali metals, alkaline earth metals, ammonium salts or organic amines, and preferably sodium salts, potassium salts, lithium salts, ammonium salts or triethanolamine salts.

The reactive dyes of the present invention can be prepared by the conventional methods, and there is no limitation to the order of the steps. The chromophore can be prepared, and then the dye can be synthesized. Alternatively, the chromophore can be synthesized during the preparation of the dye.

The reactive dye of the present invention can be applicable to fiber materials, especially cellulose fiber materials, and applicable for dyeing or printing of fiber materials having the cellulose fiber. The fiber materials can be, but not limited to, natural or regenerated cellulose fibers such as cotton, hemp, flax, ramie, viscose rayon or fiber materials having cellulose fibers. The reactive dye of the present invention can be also applicable for dyeing and printing of fiber blends having hydroxycellulose fibers.

25 The reactive dye of the present invention can be fixed on fibers in aqueous dye

solution and printing paste, and can be used for dyeing and printing in exhausting dyeing, continuous dyeing, cold pad batch dyeing, printing or digital printing.

In the present invention, the dyeing or printing can be performed according to the conventional methods. For example, exhaustion dyeing is performed by using
5 inorganic neutral salts (such as anhydride sodium sulfate and sodium chloride) and/or the well-known acid binding agents (such as sodium carbonate and sodium hydroxide). The amounts of the inorganic neutral salts and alkali are not critical, and may be added together or separately into the dye bath. In addition, dyeing auxiliary agents (such as dye leveling agents and dye retarding agents) can be used, and the temperature for
10 dyeing can be in the range from 40°C to 90°C, and preferably from 50°C to 70°C.

In cold pad batch dyeing, the object to be dyed is rolled and dyed with the inorganic neutral salt (such as anhydride sodium sulfate or sodium chloride) and the acid binding agent (such as sodium carbonate or sodium hydroxide) at the room temperature.

15 In continuous dyeing, the object to be dyed is placed in the dye solution mixed with the acid binding agent (such as sodium carbonate or sodium bicarbonate), and then dried by heat or fixed by vapor. In two-bath dyeing, the object is dyed, treated with the inorganic neutral salt (such as sodium sulfate or sodium silicate), and then
dried or fixed by vapor.

20 The present invention is illustrated by, but not limited to, the following embodiments. The temperature is presented as Celsius degree, and parts and percentage are calculated based on weight without specified.

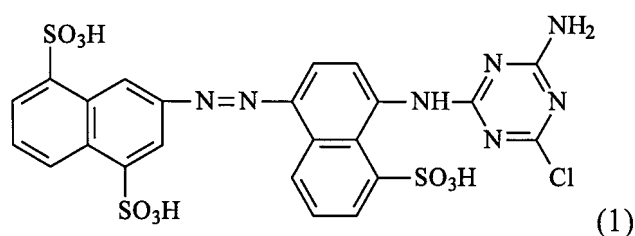
Embodiment 1

(1) 30.2 parts of 2-naphthylamine-4,8-disulfonic acid were dispersed in 300 parts
25 of ice water, and then added with 28.5 parts of 32% HCl solution. The mixture was stirred, and then slowly added with 6.9 parts of sodium nitrite solution. The mixture

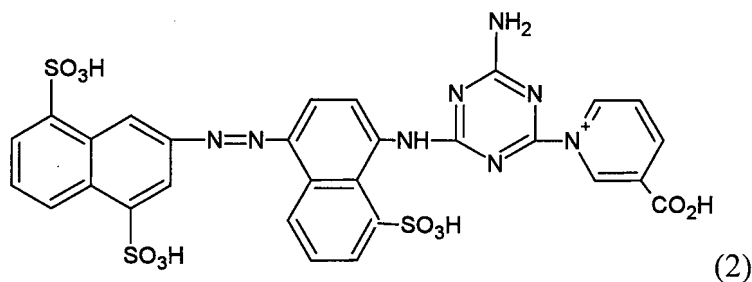
was stirred for 1 hour at 0-5°C. Then, the mixture was slowly added with 22.3 parts of 1-naphthylamine-8-sulfonic acid, and then the pH was adjusted to 3 with sodium bicarbonate. The mixture was stirred for 3 hours at 10-15°C. The reaction solution was then formed.

5 (2) 100 parts of ice water including 18.4 parts of cyanuric chloride was slowly poured into the reaction solution, and the pH of the solution was adjusted to 5-6 by sodium bicarbonate. The mixture was stirred at 10-15°C for three hours, and then filtered to obtain the reaction solution.

10 (3) The pH of the reaction solution was adjusted to 10-11 by 24% ammonia solution. The mixture was heated to 40-45°C, stirred for 2 hours, and then processed via salting out to obtain the product (1).



(4) The product (1) was dispersed in 300 parts of water, and then added with 12.3 parts of pyridine-3-carboxylic acid. The mixture was heated to 70-80°C, stirred for 3 hours, and then processed via salting out to obtain the product (2), *i.e.* the compound of formula (I-1a) ($\lambda_{\text{max}}=405 \text{ nm}$)



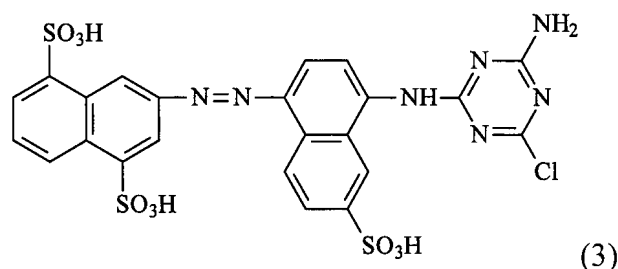
Embodiment 2

(1) 30.2 parts of 2-naphthylamine-4,8-disulfonic acid were dispersed in 300 parts of ice water, added with 28.5 parts of 32% HCl solution, stirred and then added with

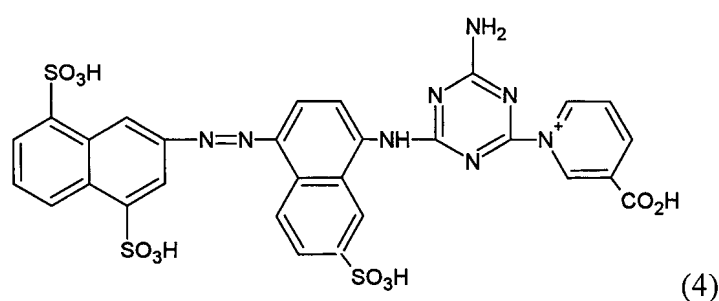
6.9 parts of sodium nitrite solution. The mixture was stirred for 1 hour at 0-5°C. Then, the mixture was slowly added with 22.3 parts of 1-naphthylamine-7-sulfonic acid. Then, the pH of the mixture was adjusted to 3 by sodium bicarbonate, and stirred at 10-15°C for 3 hours, so as to obtain the reaction solution.

5 (2) 100 parts of ice water including 18.4 parts of cyanuric chloride was slowly poured into the reaction solution, and the pH of the solution was adjusted to 5-6 by sodium bicarbonate. The mixture was stirred at 10-15°C for 2 hours, and then filtered to obtain the reaction solution.

(3) The pH of the reaction solution was adjusted to 10-11 by 24% ammonia
10 solution. The mixture was heated to 40-45°C, stirred for 2 hours, and then processed via salting out to obtain the product (3).



(4) The product (3) was dispersed in 300 parts of water, and then added with 12.3 parts of pyridine-3-carboxylic acid. The mixture was heated to 70-80°C, stirred for 3
15 hours, and then processed via salting out to obtain the product (4), *i.e.* the compound of formula (I-1b) (λ_{max} =400 nm)

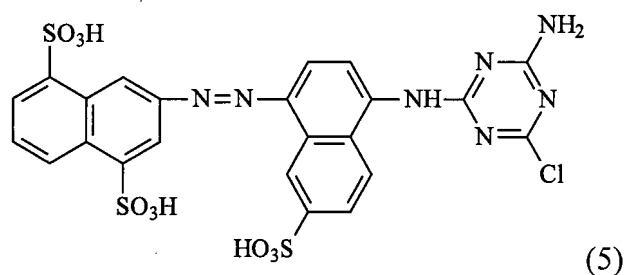


Embodiment 3

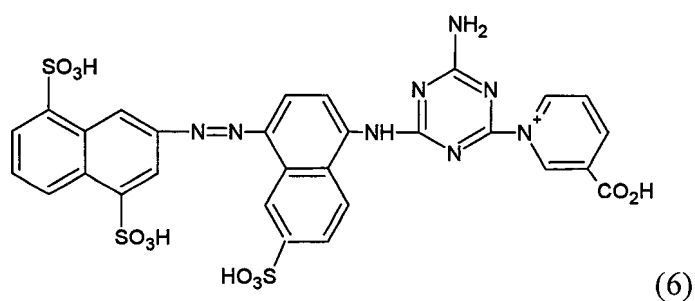
(1) 30.2 parts of 2-naphthylamine-4,8-disulfonic acid were dispersed in 300 parts of ice water, added with 28.5 parts of 32% HCl solution, stirred and then added with 6.9 parts of sodium nitrite solution. The mixture was stirred for 1 hour at 0-5°C. Then, the mixture was slowly added with 22.3 parts of 1-naphthylamine-6-sulfonic acid. Then, the pH of the mixture was adjusted to 3 by sodium bicarbonate, and stirred at 10-15°C for 3 hours, so as to obtain the reaction solution.

(2) 100 parts of ice water including 18.4 parts of cyanuric chloride was slowly poured into the reaction solution, and the pH of the solution was adjusted to 5-6 by sodium bicarbonate. The mixture was stirred at 10-15°C for 2 hours, and then filtered to obtain the reaction solution.

(3) The pH of the reaction solution was adjusted to 10-11 by 24% ammonia solution. The mixture was heated to 40-45°C, stirred for 2 hours, and then processed via salting out to obtain the product (5).



(4) The product (5) was dispersed in 300 parts of water, and then added with 12.3 parts of pyridine-3-carboxylic acid. The mixture was heated to 70-80°C, stirred for 3 hours, and then processed via salting out to obtain the product (6), *i.e.* the compound of formula (I-1c) (λ_{max} =400 nm)

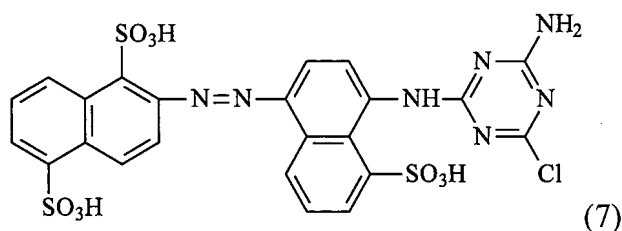


Embodiment 4

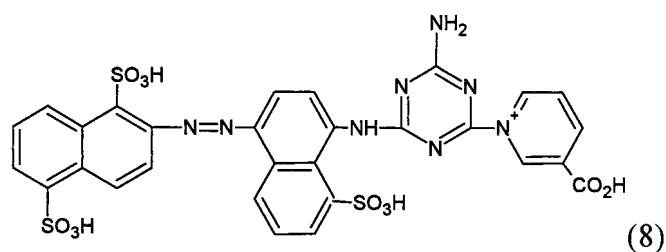
(1) 30.2 parts of 2-naphthylamine-1,5-disulfonic acid were dispersed in 300 parts of ice water, added with 28.5 parts of 32% HCl solution, stirred and then added with 6.9 parts of sodium nitrite solution. The mixture was stirred for 1 hour at 0-5°C. Then, the mixture was slowly added with 22.3 parts of 1-naphthylamine-8-sulfonic acid. Then, the pH of the mixture was adjusted to 6 by sodium bicarbonate, and stirred at 10-15°C for 3 hours, so as to obtain the reaction solution.

(2) 100 parts of ice water including 18.4 parts of cyanuric chloride was slowly poured into the reaction solution, and the pH of the solution was adjusted to 9-9.5 by sodium bicarbonate. The mixture was stirred at 8-10°C for 3 hours, and then filtered to obtain the reaction solution.

(3) The pH of the reaction solution was adjusted to 10-11 by 24% ammonia solution. The mixture was heated to 40-45°C, stirred for 2 hours, and then processed via salting out to obtain the product (7).



(4) The product (7) was dispersed in 300 parts of water, and then added with 12.3 parts of pyridine-3-carboxylic acid. The mixture was heated to 70-80°C, stirred for 2 hours, and then processed via salting out to obtain the yellow product (8), *i.e.* the compound of formula (I-1d) (λ_{max} =400 nm)

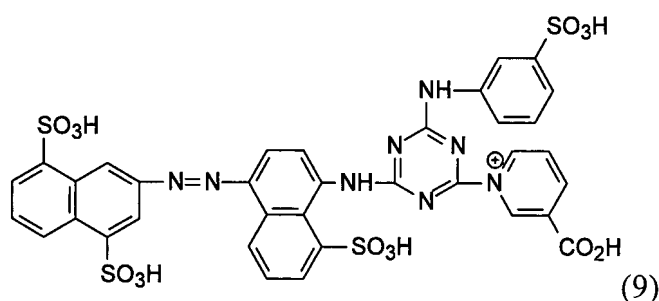


Embodiments 5 to 7:

The following reactive dyes of pyridine-3-carboxylic acid were prepared according to Embodiments 1 to 4. The dyes had high purity, great build-up property and great fastness.

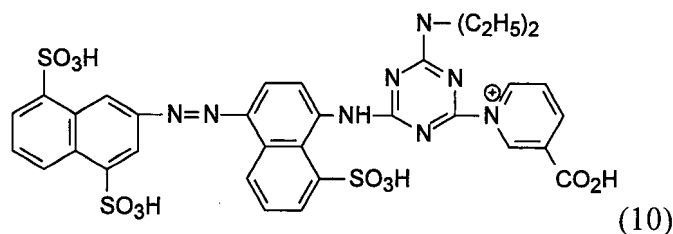
Embodiment 5

The yellow product (9), *i.e.* compound of formula (I-1e) (λ_{max} =402nm) was obtained.



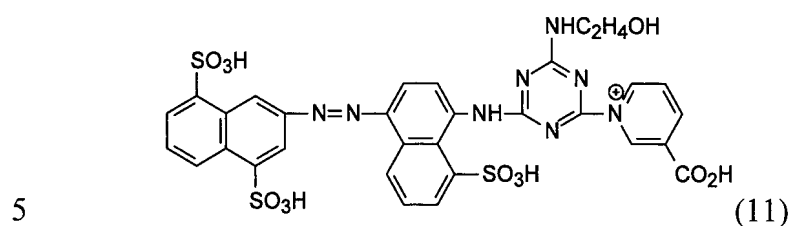
Embodiment 6

The yellow product (10), *i.e.* compound of formula (I-1f) (λ_{max} =408nm) was obtained.



Embodiment 7

The yellow product (11), *i.e.* compound of formula (I-1g) ($\lambda_{\max}=406\text{nm}$) was obtained.

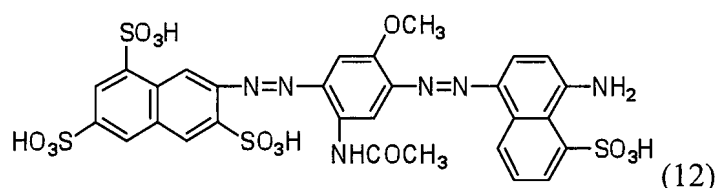


Embodiment 8

(1) 57.5 parts of 2-naphthylamine-3,6,8-trisulfonic acid were dispersed in 225 parts of ice water, and added with 45 parts of sodium nitrite solution. The mixture was stirred at 8-15°C for 1 hour. The mixture was added with 27.03 parts of 3-amino-4-methoxyacetanilide. The pH of the mixture was adjusted to 5-5.5 by 45% sodium hydroxide solution, and the mixture was stirred at 20°C for 2 hours. The mixture was added with 36.87 parts of 32% HCl solution, and slowly added with 45 parts of sodium nitrite solution. The mixture was stirred at 5 to 10°C for 1 hour. The mixture was added with 32.82 parts of 1-naphthylamine-8-sulfonic acid. The mixture was added with diazo solution at 10-15°C, the pH of the mixture was maintained at 6-6.5 by 45% sodium hydroxide solution, stirred for 2 hours, and the mixture was processed via salting out to obtain the product (12).

10

15

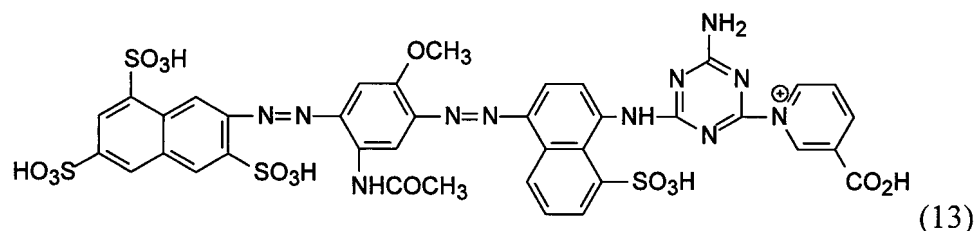


(2) 24.91 parts of cyanuric chloride were dispersed in 40 parts of ice water. The mixture was added to the solution of the product (12) at 0-5°C, and then the pH of the mixture was maintained at 6-7 by 15% sodium carbonate solution. The mixture was

20

stirred at 10-15°C for 1 hour.

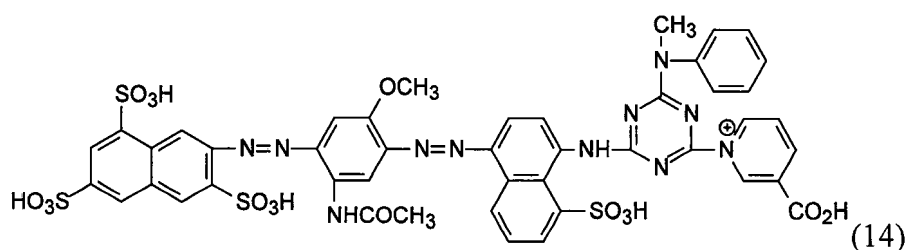
(3) 16.55 parts of 24% ammonia solution were added to the reaction solution obtained from the above step (2), and the mixture was stirred at 40-45°C for 1 hour. Then, 28.25 parts of pyridine-3-carboxylic acid were added to the mixture. The mixture was heated to 80-90°C, and stirred for 5 hours, so as to obtain the red brown product (13), i.e. the compound of formula (I-2a). ($\lambda_{\text{max}}=481\text{nm}$)



Embodiment 9

(1) 24.91 parts of cyanuric chloride were dispersed in 40 parts of ice water. The mixture was added to the solution of the product (12) at 0-5°C, and then the pH of the mixture was maintained at 6-7 by 15% sodium carbonate solution. The mixture was stirred at 10-15°C for 1 hour.

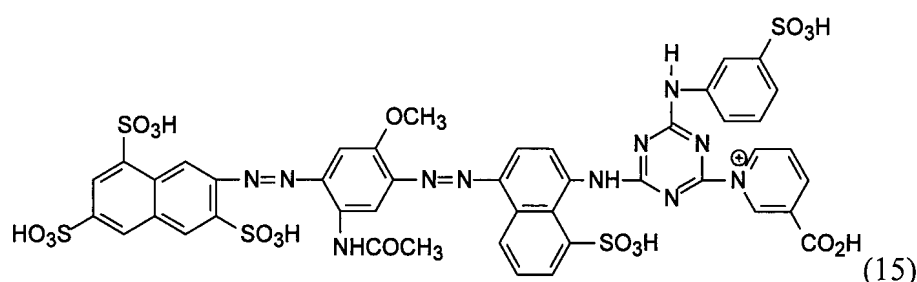
(2) 14.77 parts of N-methyl aniline were added to the reaction solution formed from the above step (1), and the mixture was stirred at 40-45°C for 1 hour. Then, 28.25 parts of pyridine-3-carboxylic acid were added. The mixture was heated to 80-90°C, and stirred for 5 hours. Then, the red brown product (14), i.e. the compound of formula (I-2b), was obtained. ($\lambda_{\text{max}}=520\text{nm}$)



Embodiment 10

(1) 24.91 parts of cyanuric chloride were dispersed in 40 parts of ice water. The mixture was added to the solution of the product (12) at 0-5°C, and then the pH of the mixture was maintained at 6-7 by 15% sodium carbonate solution. The mixture was stirred at 10-15°C for 1 hour.

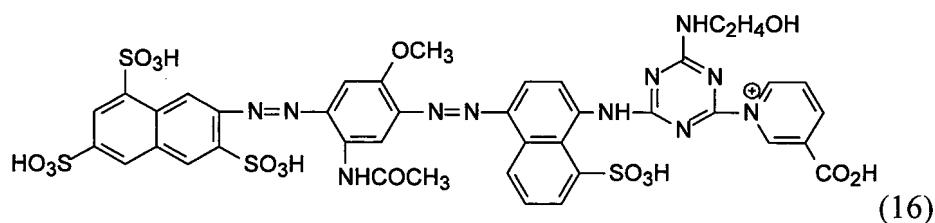
(2) 23.86 parts of metanilic acid were added to the reaction solution formed from the above step (1), and the mixture was stirred at 40-45°C for 1 hour. Then, 28.25 parts of pyridine-3-carboxylic acid were added. The mixture was heated to 80-90°C, and stirred for 5 hours. Then, the red brown product (15), i.e. the compound of formula (I-2c), was obtained. ($\lambda_{\text{max}}=520\text{nm}$)



Embodiment 11

(1) 24.91 parts of cyanuric chloride were dispersed in 40 parts of ice water. The mixture was added to the solution of the product (12) at 0-5°C, and then the pH of the mixture was maintained at 6-7 by 15% sodium carbonate solution. The mixture was stirred at 10-15°C for 1 hour.

(2) 8.42 parts of ethanolamine were added to the reaction solution formed from the above step (1), and the mixture was stirred at 40-45°C for 1 hour. Then, 28.25 parts of pyridine-3-carboxylic acid were added. The mixture was heated to 80-90°C, and stirred for 5 hours. Then, the red brown product (16), i.e. the compound of formula (I-2d), was obtained. ($\lambda_{\text{max}}=530\text{nm}$)



Test Example 1

1 part of the dye obtained from Embodiment 8 was completely dissolved in 100 parts of distilled water to form the dye solution. 20 parts of the dye solution were introduced in the dye ring, added with 4.8 parts of mirabilite, and added with distilled water to total 75 parts. Then, the mixture was added with 5 parts of pure alkali solution (320 g/L). 4 parts of cotton fabrics of plain weave were placed into the dye solution, and well mixed with the dye. Then, the dye ring was placed in the incubator, the temperature was raised to 60°C in 30 minutes, and fixation was performed for 60 minutes. After dyeing, the fabrics were cleaned with cold water, then cleaned, decolored, and dried. The red brown dyed fabrics had great deep dyeing property and dye uptake.

The measurement of build-up property: K/S value indicated color depth or appearance color depth of the fabrics. The measurement was determined according to the reflection rate of the fabrics. The reflection rate (R) of the covered part and uncovered part of the fabrics was measured by spectrophotometer, and calculated into the K/S value according to the equation:

$$K/S = (1-R)^2/2R$$

Test Example 2

3 parts of the dye prepared from Embodiment 1 were dissolved in 100 ml of water to form the pad dyeing solution (30 parts/L). 25 ml of the alkali agent (sodium hydroxide (15 ml/L) and mirabilite (30 parts/L)) was added in the pad dyeing solution,

and the mixture was stirred. The mixture was poured into the Roller pad dyeing device. After being dyed, the cotton fabrics were rolled. Then, the rolled cotton fabrics were stored at room temperature for 4 hours. Then, the yellow fabrics were cleaned with cold water, then cleaned with boiled water for 10 minutes, cleaned with boiled
5 non-ionic detergent for 10 minutes, and cleaned with cold water. Then, the fabrics were dried, and the yellow fabrics were then obtained. The yellow fabrics had great build-up property and color uptake.

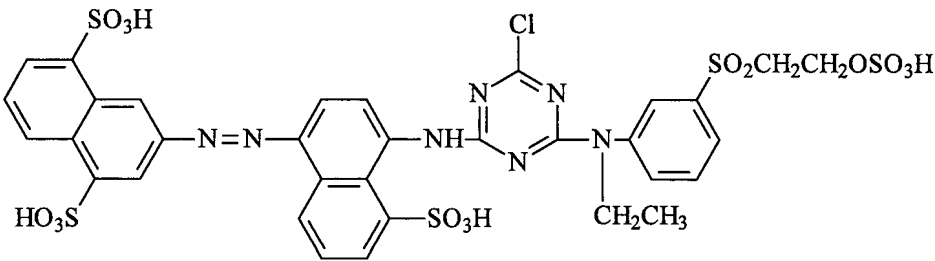
Test Example 3 Comparison of build-up property in exhausting dyeing

10 The dye prepared from Embodiment 1 and the dye of Comparative Example were compared according to the method of Test Example 1, wherein different concentrations of the dye solution were used for the comparison of build-up property in exhausting dyeing. The results were shown in Table 1.

15 Table 1

Dye (o.w.f)	Build-up property in exhausting dyeing (K/S)			
	1%	2%	4%	8%
Dye of Embodiment 1	5.30	9.49	16.33	21.61
Dye of Comparative Example 1	3.15	6.32	12.48	18.90

Comparative Example 1:



According to the present invention, the dye of Embodiment 1 had great build-up property in mid-temperature exhausting dyeing.

Test Example 4 Comparison of build-up property in cold pad batch dyeing

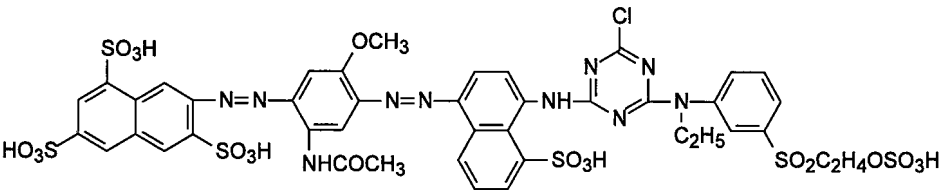
5 The dye of Embodiment 8 and the dye of Comparative Example 2 were compared according to the method of Comparative Example 2, wherein different concentrations of dye solution (g/l) were used for the comparison of build-up property. The results were shown in Table 2.

Table 2

	K/S (cold pad batch dyeing: 16 hours)		
Dye	15 g/l	30 g/l	60 g/l
Dye of Embodiment 8	8.134	11.323	13.030
Dye of Comparative Example 2	5.185	8.000	9.820

10

Comparative Example 2:



According to the present invention, the dye of Embodiment 8 had great build-up property in cold pad batch dyeing.

15 In comparison with the dyes of Comparative Examples 1 and 2, the reactive dye of the present invention has better build-up property and reproducibility in mid-temperature dyeing and cold pad batch dyeing. In comparison with the commercial dyes, the reactive dye of the present invention has great build-up property, water cleaning property and fastness.

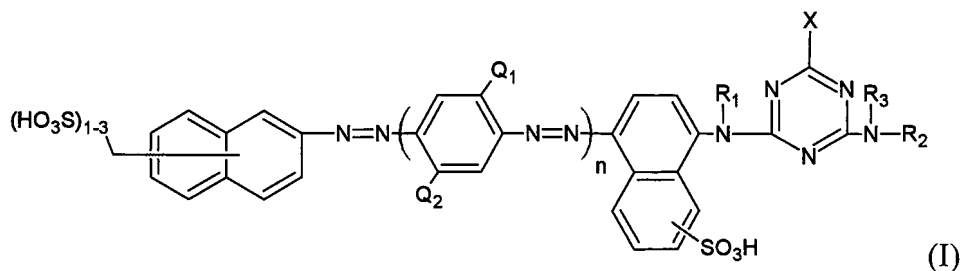
20 The invention has been described using exemplary preferred embodiments.

However, it is to be understood that the scope of the invention is not limited to the disclosed arrangements. The scope of the claims, therefore, should be accorded the broadest interpretation, so as to encompass all such modifications and similar arrangements.

CLAIMS

What is claimed is:

1. A reactive dye having a structure of formula (I):

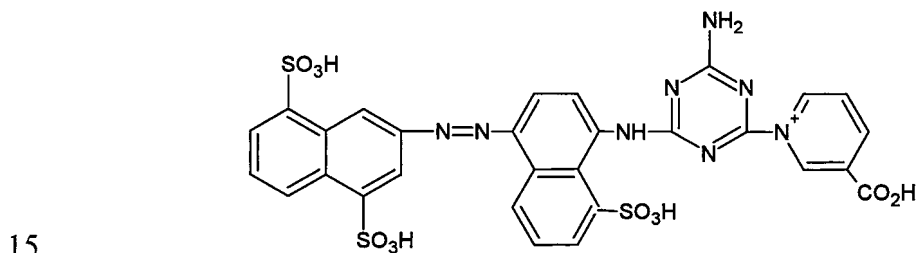


5 wherein X is a halo or carboxypyridinium; R₁, R₂ and R₃ are independently hydrogen, C₁₋₄alkyl, C₁₋₄alkylcarbonyl, benzyl, C₁₋₄hydroxyalkyl or sulfobenzyl; n is 0 or 1; Q₁ and Q₂ are independently hydrogen, sulfo, C₁₋₄alkyl, C₁₋₄alkoxy, C₁₋₄alkanoylamino or ureido; and (HO₃S)₁₋₃ is 1 to 3 sulfo groups.

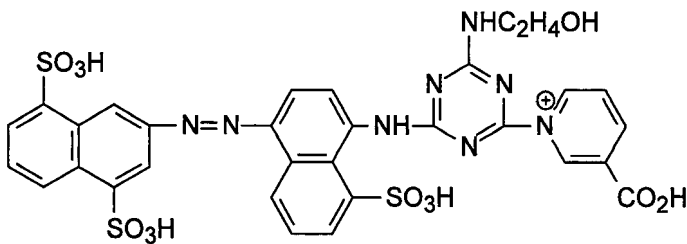
2. The reactive dye of claim 1, wherein when n is 0, X is a halo or carboxypyridinium, and R₁, R₂ and R₃ are independently hydrogen, C₁₋₄alkyl, C₁₋₄alkylcarbonyl, benzyl, C₁₋₄hydroxyalkyl or sulfobenzyl.

3. The reactive dye of claim 2, wherein X is a halo or carboxypyridinium, and R₁, R₂ and R₃ are independently hydrogen, C₁₋₄alkyl, C₁₋₄hydroxyalkyl or sulfobenzyl.

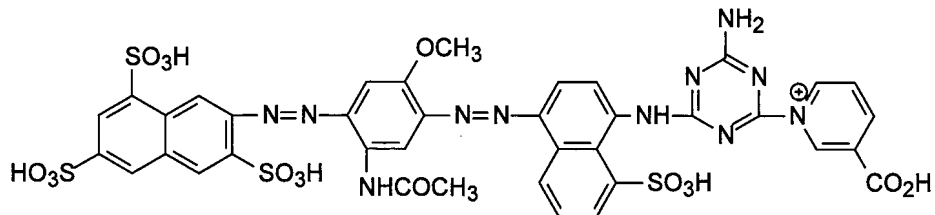
4. The reactive dye of claim 3, which is:



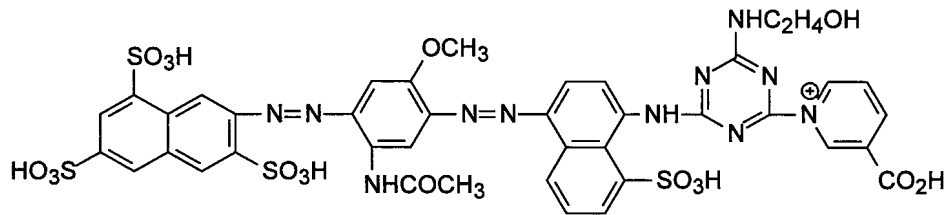
5. The reactive dye of claim 3, which is:



6. The reactive dye of claim 1, wherein when n is 1, X is a halo or carboxypyridinium, R₁, R₂ and R₃ are independently hydrogen, C₁₋₄alkyl, C₁₋₄alkylcarbonyl, benzyl, C₁₋₄hydroxyalkyl or sulfobenzyl, and Q₁ and Q₂ are independently hydrogen, C₁₋₄alkyl, C₁₋₄alkoxy, or C₁₋₄alkanoylamino.
- 5 7. The reactive dye of claim 6, wherein X is a halo or carboxypyridinium, R₁, R₂ and R₃ are independently hydrogen, C₁₋₄alkyl, benzyl, C₁₋₄hydroxyalkyl or sulfobenzyl, and Q₁ and Q₂ are independently C₁₋₄alkoxy, or C₁₋₄alkanoylamino.
8. The reactive dye of claim 7, which is:

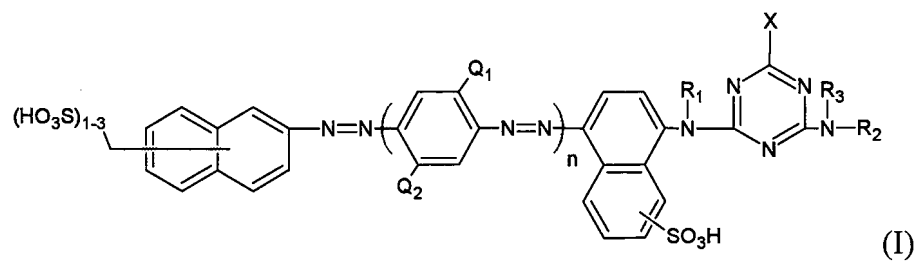


- 10 9. The reactive dye of claim 7, which is:



ABSTRACT OF THE DISCLOSURE

A reactive dye is disclosed. The reactive dye has the structure of formula (I):



wherein X, R₁, R₂, R₃, n, Q₁, Q₂ and (HO₃S)₁₋₃ are defined in the specification. The
5 reactive dye of the present invention has great build-up property, reproducibility and
fastness.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
NIT : 800.176.089-2
- / -

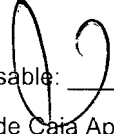
 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	RECIBO DE CAJA	No. 12 - 0035693
		Bogotá D.C., Abril 12 de 2012 - 15:14:55

RECIBIDO DE : PARRA, RODRIGUEZ & CAVELIER S.A.	NI 830.008.752
--	----------------

*** Soporte del Pago ***					
TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	445891246	12/04/2012	770.000.00

*** Conceptos Pagados ***			
CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	Vr.UNDITARIO	Vr.CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE INVENCIÓN	590.000.00	590.000.00
			\$590.000.00
=====			

SON: **QUINIENTOS NOVENTA MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable:  _____

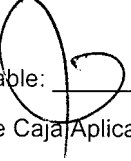
Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 12-060086- -00000-0000

Fecha: 2012-04-12 15:26:17 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act 411 PRESENTACION Folios: 40

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO NIT : 800.176.089-2 - / -					
 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	RECIBO DE CAJA			No. 12 - 0035694	
				Bogotá D.C., Abril 12 de 2012 - 15:14:55	
RECIBIDO DE : PARRA, RODRIGUEZ & CAVELIER S.A.				NI 830.008.752	
*** Soporte del Pago ***					
TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR. PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	445891246	12/04/2012	770.000.00
*** Conceptos Pagados ***					
CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr. UNIDITARIO	Vr. CONCEPTO	
1	50005-01-01 SOLICITUDES	82 INVOCACION DE UNA PRIORIDAD EN NUEVAS CREACIONES	170.000.00	170.000.00	
				\$170.000.00	
			=====		
SON: **CIENTO SETENTA MIL PESOS MONEDA CORRIENTE***					
Responsable: 					
Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____					
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO  No. 12-060086- -00000-0000 Fecha: 2012-04-12 15:26:17 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO Act. 411 PRESENTACION Folios: 40					
Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5 y 10 Bogotá, D.C.- Colombia					
Web: www.sic.gov.co e-mai: info@sic.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax: (571) 5870284 Línea: 018000-910165 Call Center: (571) 6513240					
, Abril 12 de 2012 - 15:14:56					



No. 12-060086-00000-0000

Fecha: 2012-04-12 15:26:17 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve. 1 REGDEPOSITO
Act. 411 PRESENTACION Folios: 40

LISTA DE CHEQUEO
ADMISIÓN A TRÁMITE - NUEVAS CREACIONES

PATENTE DE INVENCION ☒

MODELO DE UTILIDAD ☐

Art 33 Decisión 486/00

☒	Indicación que se solicita una patente.
☒	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☒	Descripción de la invención
☒	Dibujos de ser estos pertinentes
☒	Comprobante de pago de las tasas establecidas (De ser el caso formato de descuento)
Completa ☒	Incompleta ☐

PATENTE DE INVENCION PCT ☐

MODELO DE UTILIDAD PCT ☐

Art.33 Decisión 486/00, Circular Única

☐	Indicación que se solicita una PCT
☐	Copia de la solicitud en español, tal como fue presentada inicialmente (capítulo descriptivo, reivindicatorio, resumen)
☐	Dibujos de ser estos pertinentes
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)
Completa ☐	Incompleta ☐

DISEÑO INDUSTRIAL ☐

(Art. 119 Decisión 486/00)

☐	Indicación que se solicita Diseño industrial
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Representación gráfica y fotográfica del Diseño industrial o muestra del material que incorpora el diseño
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas
Completa ☐	Incompleta ☐

ESQUEMA DE TRAZADO ☐

(Art. 92 Decisión 486/00)

☐	Indicación que se solicita un esquema de trazado
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Representación gráfica de un esquema de trazado
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas
Completa ☐	Incompleta ☐