



PATENTE DE INVENCIÓN

297455

Memoria Descriptiva

sobre:

"Método de producción de tintes azo-disulfuros"

Solicitante:

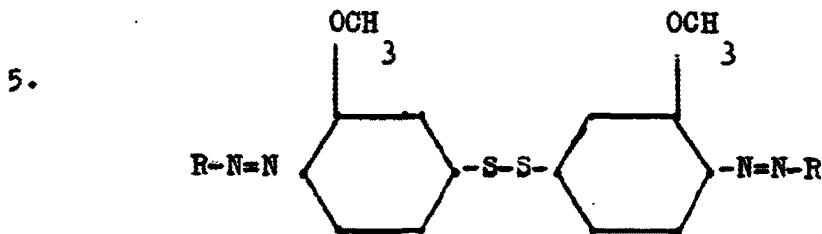
MARTIN-MARIETTA CORPORATION, entidad norteamericana, residente en 350 Park Avenue, New York, New York 10022, EE. UU. de A.

La presente invención se relaciona con tintes y mas particularmente con tintes azo-disulfuros y con el método de producción de los mismos.

5. Los tintes azo-disulfuros de la presente



invención se caracterizan particularmente porque tienen la siguiente fórmula estructural:



10. en la que R. es el radical de un componente acoplador de pirazolona.

El método de la presente invención se caracteriza particularmente porque comprende la tetrazotización de una proporción molecular de 4:4' -diaamino-3,3'-dimetoxidifenildisulfuro y el acoplamiento de este compuesto tetrazotizado con dos proporciones moleculares de un componente acoplador de pirazolona.

15. Se entenderá que el término "componente acoplador de pirazolona" se refiere a los componentes acopladores que son pirazolonas, tales como la 1-fenil-3-metil-5-pirazolona.

20. Los tintes azo-disulfuros de la presente invención se caracterizan además porque pueden usarse para teñir o imprimir fibras textiles de algodón o celulosa regenerada en una tonalidad naranja brillante.

25. De acuerdo con la presente invención, se ha observado que la combinación de una pirazolona y grupos metoxilos en las posiciones 3,3' -de los núcleos fenílicos anteriores acciona conjuntamente proporcionando un colorante azo-disulfuro naranja brillante.



llante, en tanto que si se omiten los dos grupos metoxilos, el colorante azo-disulfuro es amarillo.

Los siguientes ejemplos son ilustrativos de la producción de los tintes de la presente invención.

5.

EJEMPLO 1.

Se prepara como sigue una solución de 4:4'-diamino-3,3'-dimetoxidifenildisulfuro tetrazotizado. Se añaden 30,7 gramos (0,1 m-g en peso) de 4:4'-diamino-3,3'-dimetoxidifenildisulfuro al 100 % a 300 ml. de agua a 45°C., se añaden 55 gramos de ácido clorhídrico concentrado a temperatura ambiente con agitación, se calienta la mezcla a 70°C. y se agita hasta que entra en solución. La resultante solución se enfría a 0°C. y se mantiene a esa temperatura mientras se le añade con agitación un ligero exceso de NO Na , mostrado en papel KI; se añadirán así aproximadamente 13,8. gramos (0,2 m-g en peso) de NO Na .

10.

15.

20.

25.

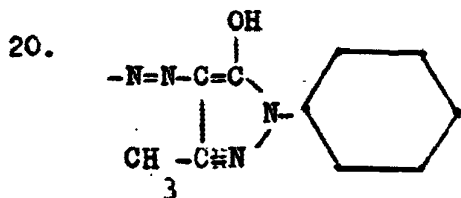
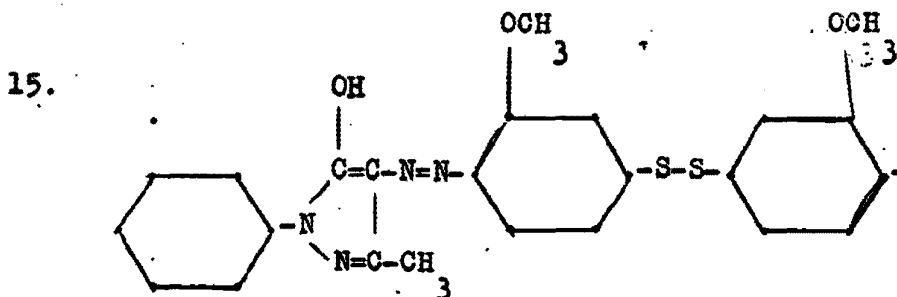
30.

Se acopla luego una proporción molecular del 4:4'-diamino-3,3'-dimetoxidifenildisulfuro tetrazotizado con dos proporciones moleculares de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona, como sigue. Se disuelven en 500 ml. de agua a 40°C. que se enfría a 0°C, 35,8 gramos (0,2 m-g en peso) de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona y 30 gramos (0,2 m-g en peso) de ClH concentrado. Mientras se mantiene la solución de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona a 0°C, se le añade gradualmente durante un periodo de una hora, con agitación, la anterior solución de 4:4'-diamino-3,3'-dimetoxidifenildi



- sulfuro a 0°C. Se añaden durante una hora 175 gramos de una solución acuosa al 20 % de acetato sódico a 0-5°C. (deberá añadirse suficiente acetato sódico para que el papel rojo Congo no se torne ya azul). Se agita durante 3 horas mas a 20°C., se recuperan los sólidos resultantes por filtración a 30°C, se lavan los sólidos con agua a temperatura ambiente hasta - quedar libres de materiales inorgánicos y se seca el resultante colorante a 80°C. La producción es casi la teórica.

El resultante colorante naranja brillante tiene la siguiente fórmula estructural:



25. EJEMPLO 2.

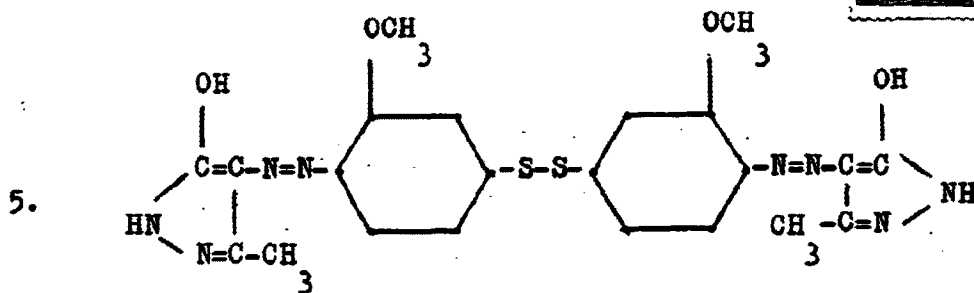
Este ejemplo es igual que el anterior, con la excepción de que se emplean 18,6. gramos (0,2 m-g en peso) de 3-metil-5-pirazolona en lugar de la 1-fenil-3-metil-5-pirazolona usada en el ejemplo, 1.

30. El resultante colorante naranja brillante -

297455



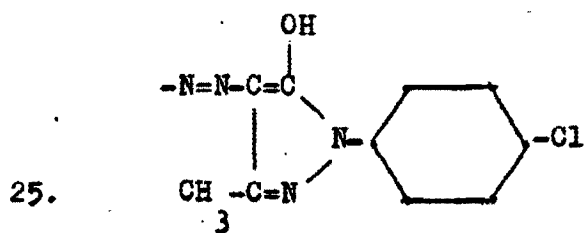
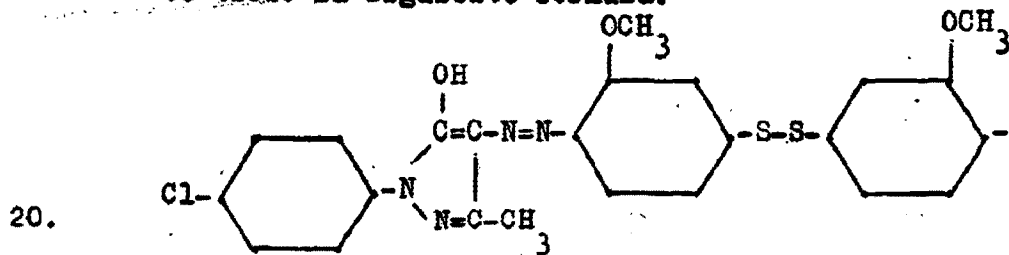
tiene la siguiente fórmula:



EJEMPLO 3.

10. Este ejemplo es igual que el ejemplo 1. anterior, con la excepción de que se emplean 41,7 gramos (0,2 m-g en peso) de 1(4-clorofenil)-3-metil-5-pirazolona en lugar de la 1-fenil-3-metil-5-pirazolona utilizada en el ejemplo 1.

15. El resultante colorante naranja brillante tiene la siguiente fórmula:



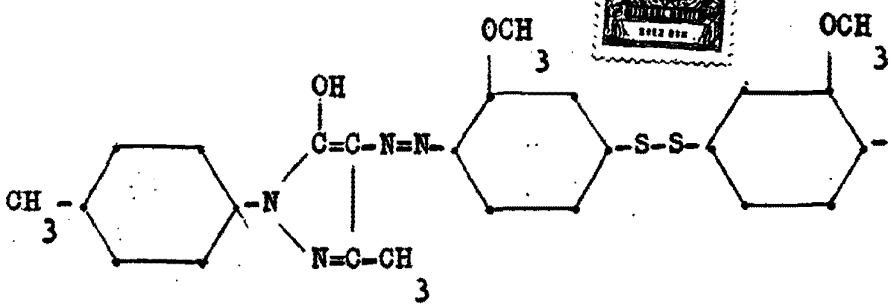
EJEMPLO 4.

30. Este ejemplo es igual que el ejemplo 1. anterior, con la excepción de que se emplean 37,8 gramos (0,2 m-g en peso) de 1(4-aminofenil)-3-metil-5-pi

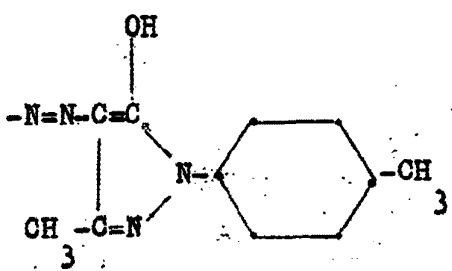
2374



5.



10.



15.

20.

25.

30.

El tinte azo-disulfuro de la presente in-
 vención puede emplearse para teñir o imprimir fi-
 bras textiles de algodón y celulosa regenerada me-
 diante el método de reducción-oxidación con notables
 resultados. Por ejemplo, pueden hacerse teñidos apli-
 cando con almohadilla sobre el tejido de algodón una
 dispersión acuosa del tinte azo-disulfuro (14,4 gr.
 de tinte por litro de agua) a 66°C., permitiendo una
 absorción del 85 %. basada en el peso del tejido, y
 secando este último; aplicando con almohadilla una
 solución acuosa de agente reductor de sulfuro (72 gr
 de Na₂S por litro de agua) a 66°C. sobre el tejido;
 tratando con vapor de agua el tejido, cuyo vapor de
 agua es neutro y exento de aire, durante un minuto a
 100-102°C; lavando el tejido con agua a 66°C; pasan-
 do el tejido a través de una solución acuosa de agen-
 te oxidante (7 gr. de ácido acético glacial y 7 gr.
 de bicromato sódico por litro de agua) a 60°C; enjua

297455



gando, desengrasando y secando.

- Pueden efectuarse impresiones aplicando al tejido una pasta de imprimir consistente en 649 gr. - de espesador de almidón-goma de tragacanto, 65 gr. -
5. de agente reductor tiourea, 28,8 gr. de glicol dietilénico, 28,8 gr. de urea, 43 gr. de ceniza de sosa, 108 gr. de una dispersión acuosa al 20 %. del colorante azo-disulfuro y agua suficiente para llevar el volumen de la pasta de imprimir a un litro; secando el
10. tejido, tratándolo con vapor de agua neutro y exento de aire durante 2 a 10. minutos para reducir el colorante, oxidando el tinte por inmersión del tejido durante 15 segundos en un baño que contengan 10,8 gr. - de ácido acético glacial y un 7 gr. de bicromato sódico por litro de agua; enjuagando en agua; desengrasando y secando el tejido.

- Si se desea, puede teñirse o imprimirse ventajosamente con tinte de azufre convencional en combinación con el tinte azo-disulfuro de la presente invención, para obtener varias tonalidades no obtenibles con uno u otro tinte solos y conseguir una economía, utilizando simplemente tinte de azufre en lugar de una porción del tinte azo-disulfuro en las anteriores pastas de imprimir o composiciones aplicables con almohadilla.
- 20.
- 25.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificación.
- 30.

297453

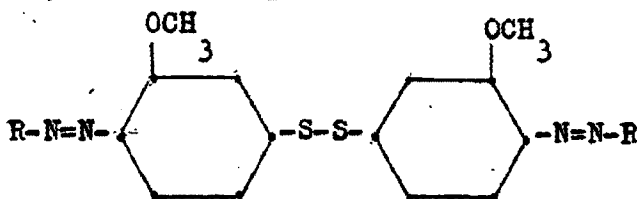


nes de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento co - rresponde a una solicitud de patente presentada en EE.

UU. de A. con fecha 6 de septiembre de 1.963 bajo el

- 5. número 307.023 acogién dose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Inven - ción por 20 años, en España "Método de producción de - azo-disulfuros", caracterizándose por lo siguiente:

1ª.- "Método de producción de tintes azo-di sulfuros", de fórmula general



15.

en la que R. es el radical de un componente acoplador de pirazolona, cuyo procedimiento se caracteriza por comprender las operaciones de tetrazotizar una propor - ción molecular de 4:4'-diamino-3,3'-dimetoxidifenildi sulfuro y acoplar dicho compuesto tetrazotizado con 2 proporciones moleculares de un componente acoplador de pirazolona.

20.

25.

2ª.- Método según reivindicación 1ª, caracte - rizado porque dicho componente acoplador de pirazo - lona es 1-fenil-3-metil-5-pirazolona.

3ª.- "Método de producción de tintes azo-di sulfuros"; tal y como queda substancialmente descrita en la presente Memoria.

297455



Esta memoria consta de diez hojas escritas
a máquina por una sola cara.

Madrid,

30 MAR. 1964

MARTIN-MARIETTA CORPORATION,

GOMEZ ALCOU I MODET
S. R.