



PATENTE DE INTRODUCCION

U.S. Patent Ser. No. 463,548.

326198

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de un colorante azoico".

=====

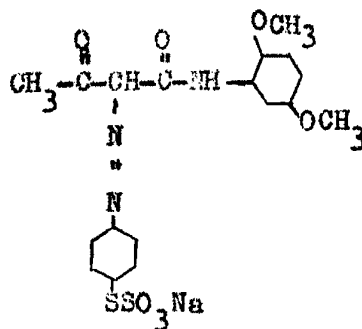
Solicitante: MARTIN-MARIETTA CORPORATION, entidad norteamericana, residente en 277 Park Avenue, New York, New York 10017, EE.UU. de A.

=====

El presente invento se refiere a un colorante azoico y al procedimiento de su elaboración.

El colorante de este invento se caracteriza en particular por tener la fórmula estructural:

5.





El procedimiento del presente invento se caracteriza de una forma particular por el hecho de que la anterior fórmula estructural puede prepararse mediante copulación o asociación de cantidades equimolares de 3-4-aminifeniltiosulfato de sodio diazotizado y acetoacet-2',5'-dimetoxianilido.

Se desconoce en técnicas anteriores un colorante formado por asociación o copulación de cantidades equimolares de aminofenilmonotiosulfato diazotizado con un arilido de ácido acetoacético y cuyo colorante tiene la propiedad de formar la forma mercáptida soluble del colorante al añadir un sulfuro de sodio acuoso. Por ejemplo, el tinte formado asociando cantidades equimolares 3-4-aminofeniltiosulfato de sodio diazotizado y acetoacet-orto-anisidido se forma en una masa gelatinosa no elaborable cuando se intenta reducirlo a la forma mercáptida soluble añadiendo sulfuro de sodio acuoso.

Sorprendentemente, se ha descubierto que el colorante del presente invento se reduce con facilidad a su forma mercáptida soluble con sulfuro de sodio acuoso. Así, el colorante del presente invento puede aplicarse en fibras textiles tales como algodón o celulosa regenerada, mediante un procedimiento de reducción-oxidación. Asimismo, se puede teñir en combinación con tintes sulfurados líquidos previamente reducidos para obtener los tonos y matices deseados. Por ejemplo, los tintes amarillos sulfurados son bastante apagados y dejan bastante que desear con respecto a sus propiedades de resistencia a la luz. El colorante del presente invento es un colorante amarillo verdoso particularmente brillante, con

30 ABR 1968

326198



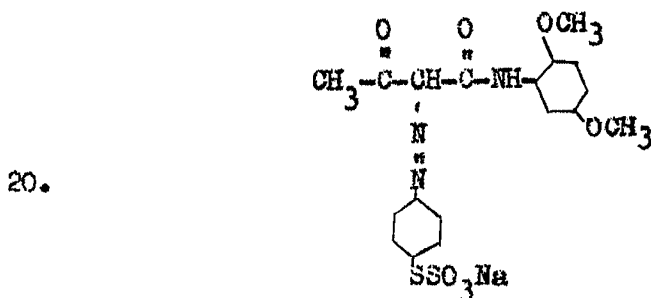
5. una resistencia al lavado aceptable desde el punto de vista comercial y una resistencia a la luz superior al término medio para un colorante azoico que tenga un grupo de tiosulfato colgado en una molécula y, por consiguiente, la adición del colorante del presente invento a los baños de tinte que contienen colorantes sulfurados líquidos amarillos aviva el tono y mejora la resistencia a la luz del tejido resultante.

10. Otra ventaja del tinte del presente invento es que resulta relativamente barato de producir.

En los ejemplos ilustrativos siguientes todas las partes se dan en peso a menos que se indique lo contrario.

Ejemplo 1

15. El tinte azoico de la fórmula



puede prepararse de la forma siguiente:

25. Se diazotiza un mol (g.m.w.) 3-4-aminofeniltiosulfato de sodio de la forma siguiente: Se añaden 1,4 litros de H₂O a 227gms de S-4-aminofeniltiosulfato de sodio, se calienta a 65°C hasta su disolución y se enfría por debajo de 10°C. Se añaden a la mezcla de una forma gradual 220 ml. de HCl acuoso al 32% mientras se mantiene la temperatura por debajo de 10°C. Mien

30.

30



- 4 -

326198

- tras se mantiene la temperatura por debajo de 10°C, se añade de una forma gradual NaNO_2 acuoso al 20% hasta el punto positivo en papel almidón-KI; se necesitarán 315 ml de NaNO_2 acuoso al 20%. Se elimina el exceso de ácido nítrico del diazo resultante añadiendo unos cuantos mgs de ácido sulfámico hasta el punto negativo en papel almidón-KI. Se mantiene el diazo a 50°C.

5. Se añaden, 1,5 litros de H_2O a temperatura ambiente a 237 gramos (1 mol) de acetoacet-2', 5'-dimetoxianilido. Se añaden 80 gms de NaOH acuoso al 50%. Se añaden ácido acético acuoso al 25% hasta obtener un pH de 6,5; se necesitarán unos 260 gms de ácido acético al 25%. Se enfría a menos de 10°C y se añaden 300 gms de sólidos de NaHCO_3 . Se enfría a menos de 5°C y, después, gradualmente y durante un periodo de una hora, se añade el diazo anterior mientras se mantiene la temperatura a más de 5°C. Se agita durante 3-4 horas para precipitar una parte del tinte de la solución; el
10. tinte restante puede ser salinizado fuera de la solución, como por ejemplo añadiendo 200 gms de NaCl y agitando durante 3-4 horas más mientras se templó el producto. Se recupera el colorante precipitado por filtración y se lava el precipitado con 600 ml de NaCl acuoso al 15% a temperatura ambiente.
15. A continuación se exponen algunos ejemplos de elaboración de tintes con el colorante del presente invento.
20. Ejemplo 2
25. Se prepara una composición de colorante dilu-

30.

Se prepara una composición de colorante dilu-

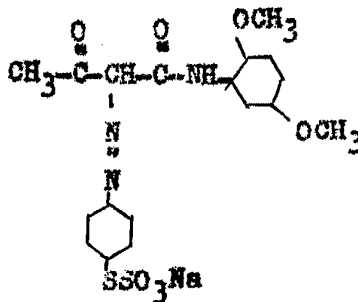
30 ABR 1950



326198

yendo 75 gms de "SODYESUL" amarillo liquido MCF (C.I. amarillo leucosulfurado 2, C.I. N° 53120) con 1 litro de agua a 30°C y se añaden al compuesto 15 gms de Na₂S y 25 gramos de

5.



10.

por lo que se solubiliza el colorante azoico en su forma mercáptida.

Se impregna tejido de algodón con el compuesto colorante, se ocurre dejando un punto de humedad del 60% basado en el peso del tejido, se seca hasta alcanzar una aridez sensible, se vaporiza en una caldera libre de aire durante 30 segundo a 115°C, se pasa por un baño oxidante que contiene 7,5 gramos de dicromato de sodio y 7,5 gms de ácido acético por litro de agua a 35°C, se lava y se seca. Resulta un tinte amarillo con buenas propiedades de resistencia a la luz.

15.

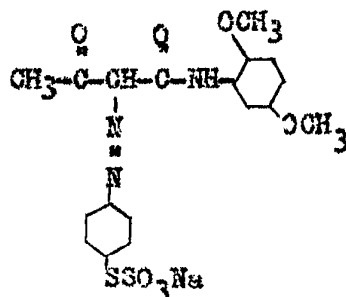
20.

Ejemplo 3

25.

Se prepara un compuesto reducido disolviendo 20 gramos de

30.





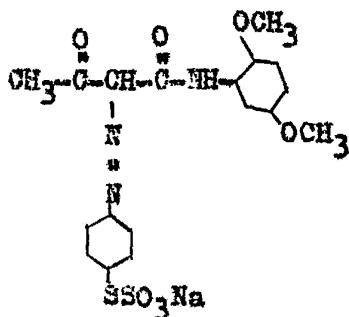
- y 20 gms de Na₂S por litro de agua a 40°C. Se impregna tejido de algodón con la solución del colorante, se escurre hasta dejar un 60% de humedad basada en el peso del tejido, se seca hasta alcanzar una aridez sensible, se pasa por un baño oxidante que consiste en 7,5 gms de dicromato de sodio y 7,5 gms de ácido acético por litro de agua a 40°C, después de lo cual se lava y se seca el tejido. Resulta un tñido amarillo verdoso brillante con buenas propiedades de resistencia a la luz.
- 5.
- 10.

NOTA

- 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 modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción por 10 años en España sobre; "Procedimiento para la obtención de un colorante azoico", caracterizándose por lo siguiente:
- 15.
- 20.

1.- Procedimiento para la obtención de un colorante azoico, de fórmula

25.



30.

323198



caracterizado porque comprende la operación de asociar cantidades equimolares de S-4-aminofeniltio - sulfato de sodio diazotizado y acetoacet-2',5'- dimetixianilido.

2.- "Procedimiento para la obtención de colorante azoico", tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

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

Madrid. 30 ABR. 1966

MARTIN-MARLETTA CORPORATION,

J. GÓMEZ ACEBO Y MODEJ
p. p. Firmado: E. Hernández Ruiz