

ES*

(Gr. 4. Clase 35.)



P A T E N T E

a favor de

Don. MANUEL MARTINEZ MARQUES, domiciliado en B a r c e l o n a.

por:

" Un procedimiento para la obtención de un colorante negro al azufre tiñendo directamente las fibras vegetales o con la adición de sustancias reductoras en medio alcalino "

M e m o r i a D e s c r i p t i v a

El objeto de esta patente es un procedimiento por medio del cual se obtiene un colorante negro al azufre el cual es soluble en el agua y tinte directamente o por la acción de un reductor, las fibras vegetales.

Ya es sabido que por la combinación del azufre con los sulfuros alcalinos se forman polisulfuros estables o incristalizables - los cuales en presencia de cuerpos orgánicos como los nitro o polinitrofenoles, los derivados nitrados de la antraquinona y de la nafta-



lina u otros, los reducen enérgicamente y los transforman en derivados amidados y continuando su acción forman grupos ditiónicos iminas y tiazinas que constituyen los colorantes al azufre.

Los colorantes al azufre usuales son insolubles en el agua y para poder fijar estos colorantes sobre las fibras vegetales es necesaria la intervención directa de un reductor, por medio del cual los grupos disulfurados que contiene el colorante son reducidos y transformados en mercaptanes que hacen soluble el colorante. En esta forma se fija el colorante sobre las fibras y luego reoxidándose al contacto del aire se convierte de nuevo en insoluble.

Con el procedimiento objeto de esta patente se obtiene un colorante negro al azufre el cual es soluble en el agua y se fija por sí solo sobre las fibras, si bien puede hacerse también su aplicación mediante la acción de un reductor alcalino.

Consiste en esencia este procedimiento en preparar separadamente dinitrofenol y un polisulfuro alcalino, hacer reaccionar ambos productos con lo cual el dinitrofenol se convierte en un derivado amidado que constituye la base del colorante que se ha de obtener; precipitar esta materia colorante por insuflación de aire y si fuese necesario por adición de un ácido diluido, separar el precipitado por filtración lavándolo en caliente, y luego someterlo a la operación de reducción y disolución en medio alcalino.

Industrialmente para ejecutar este procedimiento se empieza por preparar el dinitrofenol lo cual se efectúa por hidrólisis haciendo reaccionar la sosa cáustica o el carbonato sódico sobre el dinitroclorobenceno. La reacción ha de graduarse con cuidado para evitar ya sea un exceso de violencia peligrosa o bien una pasividad que menguaría el rendimiento y que además influenciaría el matiz pardeándolo y obteniendo productos que pueden ser de escaso valor comercial. La reacción se efectúa en calderas de doble fondo con circulación de vapor o de agua fría para poder graduar a voluntad la reacción.

También puede obtenerse este dinitrofenol por nitración directa en condiciones especiales de concentración, temperatura y tiempo.



po de ácido fénico, cresol, naftalina o antraceno.

Separadamente se procede a la fabricación del polisulfuro por reacción del azufre con un sulfuro alcalino. Esta operación debe efectuarse con gran escrupulosidad pues de ello depende el resultado final. Es preciso cuidar de que se disuelva el azufre convenientemente en el sulfuro alcalino de manera que la reacción se efectúe por completo y evitando que quede azufre no combinado que sería de eliminación absolutamente imposible más adelante. La operación se efectúa en recipientes con circulación de vapor, a la temperatura de 70 u 80° y dura unas 7 u 8 horas.

Preparado el dinitrofenol y el polisulfuro se procede a la sulfuración del dinitrofenol haciendo reaccionar dichas dos sustancias. Para ello se va añadiendo el polisulfuro al dinitrofenol de un modo continuo y graduado; la reacción es violenta y en ella los grupos nitrados se reducen convirtiéndose en derivados amidados. Cuando ha terminado la adición de polisulfuro, el volumen total y la concentración del producto deben ser tales que la masa hierva entre 105 y 110° C. Esta ebullición con refrigerante de reflujo se mantiene hasta que la transformación ha sido completa, vigilando la marcha de la reacción mediante la toma de muestras. Al cabo de algunas horas si la operación ha sido bien conducida, ha desaparecido la aureola amarillenta que delata la existencia de un producto no transformado, pero conviene proseguir aún la operación para asegurar el matiz del producto. Una operación conducida normalmente puede considerarse terminada al cabo de 10 horas en cuyo momento una parte del colorante se halla ya precipitado en la masa y otra parte todavía sigue en solución. Así el producto se halla ya dispuesto para pasar a la operación siguiente de precipitación:

Sin embargo, antes de proceder a esta operación de precipitación se añade al producto sulfito sódico neutro en cantidad conveniente para que todo el azufre que quede libre se transforme en hiposulfito.-



16 Hecho esto se pasa a la operación de precipitación para lo cual se lleva la masa a un recipiente con agitador mecánico y se calienta hasta la temperatura de 40 a 50°. La precipitación debe efectuarse con sumo cuidado, mediante la insuflación de aire o la adición de ácido mineral o por ambos medios a la vez. El ácido mineral debe utilizarse diluido y en la cantidad estrictamente necesaria, añadiéndolo en una gran superficie y en poca cantidad a fin de no descomponer los polisulfuros cuyo azufre quedaría en el producto final perjudicándolo. Se ha de seguir la marcha de la operación con cuidado a fin de no transponer los límites en los cuales estando ya precipitado todo el colorante, una nueva adición de ácido descompondría polisulfuros e hiposulfitos.

Después de precipitado el colorante se separa por filtración mediante filtros prensas y se lava el producto con agua caliente y después de prensarlo con esmero, se pasa a la última operación cuyo objeto es la reducción del colorante para obtenerlo en forma soluble. Para ello, inmediatamente después de la operación descrita, con objeto de evitar todo lo posible el contacto del aire, se procede a la disolución del colorante en un sulfuro alcalino, preferiblemente sulfuro sódico, cuya operación se efectúa en recipientes de doble fondo, caldeados, de poca superficie y con agitadores que no rompan la superficie del líquido. El colorante fundido con la cantidad necesaria de sulfuro alcalino se disuelve rápidamente en él pero conviene prolongar el contacto un cierto tiempo con lo cual el matiz adquiere mayor fondo. Usualmente al cabo de unas dos horas el producto está a punto para ser empleado.

---..M O T A..---

Se reivindica como objeto de esta patente:

- 1). Procedimiento para la obtención de un colorante negro al azufre que es soluble en el agua y tinte directamente o por la acción de un reductor, caracterizado por preparar separadamente dinitrofenol y un polisulfuro alcalino, hacer reaccionar ambas sustancias pa-



ra obtener la materia colorante, precipitar esta materia colorante por la acción del aire, de un ácido mineral diluido, o de ambos a la vez, separando el precipitado por medio de filtros prensas y luego disolver este precipitado en un sulfuro alcalino.

2). En el procedimiento consignado en la reivindicación anterior la preparación del dinitrofenol por saponificación del dinitroclorebenzeno mediante sosa cáustica o carbonato sódico.

3). En el procedimiento consignado en las reivindicaciones anteriores la preparación del dinitrofenol por nitración directa del ácido fénico, cresol, naftalina o antraceno.

4). En el procedimiento consignado en las reivindicaciones anteriores, la adición al colorante obtenido por la reacción del dinitrofenol y el polisulfuro, de la cantidad conveniente de sulfito sódico neutro para transformar en hiposulfito todo el azufre que pudiese quedar libre en la masa, evitando así que este azufre impurifique el colorante final.

5). Un procedimiento para la obtención de un colorante negro al azufre teniendo directamente las fibras vegetales o con la adición de sustancias reductoras en medio alcalino.

Barcelona, 16 de abril de 1927.

P. A.