

169904

P A T E N T E 18 MAY.
D E
I N V E N C I Ó N



169904

por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PREPARADOS DE MATERIAS COLORANTES", a favor de la razón social suiza GESELLSCHAFT FÜR CHEMISCHE INDUSTRIE IN BASEL, domiciliada en Basilea (Suiza).

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha encontrado que se pueden obtener preparados de materias colorantes, si se calienta colorantes sulfurosos en unión con productos de descomposición de hidratos de carbono nativos en medio alcalino, secándose los productos obtenidos.

5. Los productos empleados en el presente procedimiento, resumidos bajo la denominación de "colorantes sulfurosos", por regla general, son de suyo insolubles en el agua, y son transformados, normalmente, antes del teñir, por tratamiento con reductores alcalinos, verbigracia, soluciones de sulfuro sódico,
10. en una forma soluble al agua. Esto da lugar a una complicación del procedimiento tintóreo, razón por la cual se han ya convertido también colorantes sulfurosos en preparados de materias colorantes, los cuales resultan inmediatamente solubles en el agua, pudiendo ser empleados para el teñido sin previa reducción.
15. Hasta ahora, se han venido empleando como reductores para esta finalidad, principalmente, compuestos sulfurosos con azufre de baja valencia.



18 MAY

169904

- Según el presente procedimiento, se emplea para el mismo fin productos de descomposición de hidratos de carbono nativos, verbigracia, productos de descomposición de la fécula. Particularmente entran en cuenta aquellos de un grado de polimerización intermedio que, si bien resultan a lo menos coloidalmente solubles en el agua, sin embargo, no están descompuestos hasta el grado de mono- ó disacáridos, verbigracia, dextrina, de preferencia dextrina blanca, así como también productos de descomposición más adelantada, como la glucosa. En caso deseado, se puede emplear, asimismo, diferentes productos de esta índole en combinación, verbigracia, mezclas de dextrina con glucosa. Finalmente, se pueden emplear los productos correspondientes, obtenidos por sacarificación de la madera. El álcali necesario para la obtención de una reacción alcalina puede añadirse, verbigracia, en forma de hidróxidos alcalinos, o de sales alcalinas de ácidos ligeros, como carbonatos, boratos, o fosfatos alcalinos. Al efecto, no hace falta que el anión tenga propiedades reductoras, puesto que de esta acción se encargan los productos de descomposición de hidratos de carbono nativos. La determinación del álcali, en algunos casos, se rige según el colorante sulfuroso empleado, debido a que ciertos colorantes requieren para la realización de la reducción una reacción alcalina más fuerte que otros. La clase y cantidad del álcali requerido, puede averiguarse fácilmente por ensayos previos. Asimismo, conviene determinar, mediante ensayos previos, el efecto reductor de los productos de descomposición de hidratos de carbono, para que éstos puedan ser empleados con certeza en suficiente cantidad, ventajosamente en exceso.
- El calentamiento de los colorantes sulfurosos con los reductores alcalinos, arriba indicados, se realiza ventajosa-
5.
10.
15.
20.
25.
30.

169904¹⁸



- mente en medio acuoso, por ejemplo, en disolución acuosa, relativamente concentrada, o respectivamente, en suspensión. Al efecto, resulta conveniente, frecuentemente, emplear los colorantes sulfurosos inmediatamente en la forma que se va presentando en la fabricación, como pastas acuosas de materias colorantes, puesto que en éllo se ahorra una operación de desecación. El calentamiento se puede efectuar, como de costumbre, en abierto, - o en caso dado, bajo presión. En la mayoría de los casos, se obtiene buenos resultados por cocción abierta durante algún tiempo, el cual puede variar, vg., de unos cuantos minutos a unas cuantas horas. Según las circunstancias, puede ser deseable recurrir a medidas, en sí conocidas, contra el efecto oxidante del oxígeno atmosférico.
- 5.
- 10.

- En muchos casos se pueden producir ventajosamente los preparados de materias colorantes, de modo que se calienta el colorante como polvo seco, vb. g., concentrado, en unión con el producto de descomposición de hidratos de carbono, seco, y la cantidad deseada de una disolución acuosa concentrada de un álcali. Conviene proceder de manera que se mezcle primero el polvo colorante con el producto de descomposición de hidratos de carbono, igualmente en polvo, por ejemplo, dextrina, añadiendo acto seguido una solución alcalina que contiene cantidades de agua relativamente reducidas. Como soluciones alcalinas entran en consideración, especialmente, álcalis cáusticos, verbigracia, lejía de sosa. Se puede emplear, con ventaja, la lejía de sosa usual, de aproximadamente 36°Bé, para esta finalidad. Es sorprendente que la cantidad de agua contenida en la misma, basta para la realización de la reacción. Al ser calentada la mezcla, a aproximadamente 100-110° bajo agitación, se liquida la mezcla de reacción hasta formar, de acuerdo con
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

169904

18 MAY



las relaciones cuantitativas empleadas, una fusión bastante fluida. Al ser continuado el calentamiento, la fusión se va poniendo eventualmente algo más espesa.

- Los preparados de materias colorantes obtenidos de este modo, son solubles en el agua y pueden, en caso deseado, ser empleados inmediatamente en la forma abajo indicada, para teñir y estampar. Se obtienen preparados colorantes especialmente valiosos, manejables y, en particular, igualmente considerablemente estables, si se seca las soluciones, o respectivamente suspensiones, o pastas, preparadas en la forma indicada. Al efecto, conviene emplear temperaturas que no excedan, o no excedan esencialmente, de 100°, efectuando la desecación, por ejemplo, con una presión moderada, o bien fuertemente reducida. De este modo se puede elaborar preparados de colorantes sulfurosos, secos como polvo, que no resultan esencialmente hidrosclópicos, si se elige de una manera apropiada el producto de descomposición de hidratos de carbono, pudiéndose convertir por disolución en agua, sin dificultad, en baños tintóreos dispuestos para el uso. Estos preparados permiten, por tanto, entre otras cosas, un teñido con colorantes sulfurosos, sin empleo simultáneo de álcalis sulfurosos.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- Estos preparados de materias colorantes sulfurosos, pueden emplearse para la tintura de las fibras más variadas, especialmente celulósicas, por ejemplo, fibras naturales, como algodón, lino, etc., o fibras artificiales, como seda artificial y lana celulósica de celulosa regenerada. Según el contenido de los preparados de materias colorantes en medios de acción alcalina y reductores, y según las proporciones del acceso de aire al baño tintéreo, o respectivamente, a la mercadería durante la manipulación, o con respecto, el cambio
- 25.
- 30.



169904

sulfurosos. Es suficiente, verbigracia, añadir a una condensación alcalina usual, por ejemplo, a una condensación de potasa, el preparado colorante, para obtener una composición de estamper, dispuesta para el uso. La fijación de los estampados se efectúa del modo conocido, por exposición al vapor, vb., en el aparato de Mather-Platt, o bien en aparatos vaporizadores en forma de estrella o circular. Por el empleo simultáneo de medios hidrótopos, se obtiene con frecuencia un rendimiento mejorado de estampado.

5.

10.

Para la impresión directa, no hace falta la adición de reductores especiales a la composición de estampado. Si se desea emplear estos preparados para el estampado con mordientes, conviene agregar un reductor correspondiente, verbigracia, sulfoxilato sódico de formaldehído.

15.

Después de la exposición al vapor y lavado, conviene saponificar los estampados hirviendo.

EJEMPLO 1.-

25 partes del colorante azul, obtenido por sulfuración del compuesto de la fórmula

20.



son mezcladas como polvo concentrado, o como pasta húmeda, que se va produciendo en la elaboración, con 50 partes de dextrina blanca y 25 partes de carbonato sódico anhidro. Esta mezcla es

25.

amasada con 200 partes de agua blanda caliente, hasta formar una papilla, y calentada hasta la ebullición. Después de hervir durante media hora, revolviendo sin cesar, la masa es concentrada por evaporación en el vacío y seca. Se obtiene un preparado de materias colorantes estable, que tiñe fibras vegetales

30.

de un baño de carbonato sódico alcalino en matices azules puros.

169904

18 MAY



EJEMPLO 2.

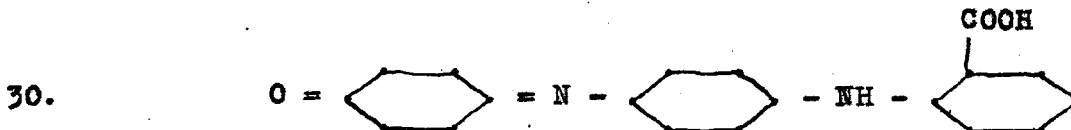
- 40 partes de negro intenso pirógeno D (Schultz, Tablas de Materias Colorantes, 7ª edición, Nº 1077), en forma de polvo colorante concentrado, o la correspondiente cantidad de la pasta colorante que se va produciendo en la preparación, son amasadas
5. con 50 partes de dextrina blanca, 4 partes en volumen de lejía de sosa de 36°Bé, y 200 partes de agua de condensación, caliente, hasta formar una papilla, y hervidas durante una hora revolviéndose sin cesar. Seguidamente es concentrada la mezcla de parti-
10. da, por evaporación en el vacío, y secada. De este modo se obtiene un preparado de materias colorantes estable, que resulta completamente soluble en el agua caliente, y que tiñe fibras vegetales en los mismos tintes negros que se obtienen con negro intenso pirógeno D, según el procedimiento tintóreo usual bajo
15. adición del sulfuro sódico.

EJEMPLO 3.-

- 100 partes del colorante amarillo que es obtenido por sulfuración de 1-metil-2,4-di-(formilamino)-benzol bajo adición de un poco de bencidina, son desleídas con 200 partes de dextrina blanca, y 100 partes en volumen de lejía de sosa de 36°Bé,
20. en 1000 partes de agua de condensación, caliente, y hervidas bajo agitación durante dos horas. Después de la concentración por evaporación y desecado en el vacío, se obtiene un preparado colorante estable, que tiñe fibras celulósicas de baño tintóreo alcalinosódico, o conteniendo algo de lejía de sosa, en matices de color amarillo-oro (amarillo-dorado).
- 25.

EJEMPLO 4.

25 partes del colorante obtenido como polvo colorante concentrado, por sulfuración del producto



169904 . 18M



son bien amasadas con 65 partes de glucosa, y 10 partes de dextrina blanca, hasta formar una papilla espesa, y calentadas a 100°C. Seguidamente se añade, removiendo sin cesar, 5-10 partes de lejía de sosa de 36° Bé, después de haber bajado la temperatura a 60°C.

Después de la concentración por evaporación y desecado en el vacío a 60-70° C., se obtiene un polvo colorante estable, soluble en agua, que se puede teñir en presencia de 3-5 gramos de carbonato sódico anhidro por litro de baño tintóreo.

EJEMPLO 5.

45 partes de negro intenso pirógeno D (Schultz, l.c. N° 1077), como polvo colorante concentrado, son bien amasadas con 45 partes de glucosa, 5 partes de dextrina blanca y 15 partes de agua blanda de condensación, caliente, hasta formar una papilla, calentadas a 100° C. Después de enfriada la temperatura a 60° C, se agrega a la papilla 30 partes de lejía de sosa de 36° Bé, y se revuelve bien. Después de concentrar por evaporación y secar en el vacío a 60-70°C., se obtiene un polvo colorante estable, soluble al agua, que puede teñirse bajo adición de 5-10 gramos de carbonato sódico anhidro por litro de baño tintóreo.

EJEMPLO 6.-

33 partes de azul directo pirógeno RL (Schultz, l.c., N° 1109), como polvo colorante concentrado, son amasadas cuidadosamente con 53 partes de glucosa, 10 partes de dextrina blanca y 10 partes de agua blanda, caliente, hasta formar una papilla. La mezcla es calentada a 100° C., bajo agitación continua. Después de enfriada a 60° C., se añade a la papilla, bajo agitación, 10 partes de lejía de sosa de 36° Bé. Una vez efectuada la concentración, por evaporación y secado en el vacío

169904



a 60-70° C., se obtiene un polvo colorante estable, soluble al agua, que se puede teñir bajo adición de 3-5 gramos de carbonato sódico anhidro por litro de baño tintóreo. En este colorante conviene atenerse exactamente a las temperaturas prescritas, y a la cantidad de álcali.

5.

EJEMPLO 7.-

100 partes de verde pirógeno 3G (Schultz, l.c., N° 1117), como polvo colorante concentrado, son bien amasadas con 34 partes de dextrina blanca, y 50 partes de lejía de sosa de 36° Bé, hasta formar una espesa papilla, bajo calentamiento a 80° C. Después de la concentración, por evaporación y desecado en el vacío a 70-80° C., se obtiene un polvo colorante estable, soluble en el agua, que se puede teñir en presencia de 3-5 gramos de carbonato sódico anhidro por litro de baño tintóreo.

10.

15.

EJEMPLO 8.-

100 partes de marrón pirógeno G como polvo colorante concentrado, son bien amasadas con 100 partes de glucosa, y 23 partes de dextrina blanca, bajo adición de 80 partes de lejía de sosa de 36° Bé., hasta formar una papilla espesa, bajo calentamiento a 60-95° C. Después de la concentración por evaporación y secado en el vacío a 70-80° C, se obtiene un polvo colorante estable, soluble en el agua, que se puede teñir bajo adición de 3-5 g de carbonato sódico anhidro por litro de baño tintóreo.

20.

25.

EJEMPLO 9.-

100 partes del colorante sulfuroso negro que es obtenido según la patente suiza n° 173.616, son mezcladas con 80 partes de dextrina blanca, y con 60 partes en volumen de lejía de sosa de 36° Bé. Se trata la mezcla como se indica en el ejem-

30.

169904^{8MA}



plo 6, y se obtiene un preparado de materias colorantes, que tinte algodón y seda artificial, de baño alcalino, en sólidos matices negros.

EJEMPLO 10.-

5. 10 partes del preparado de materias colorantes obtenido según el ejemplo 1 ó 4, son hervidas con 200 partes de agua de condensación, caliente, durante cinco minutos, y añadidas seguidamente al baño tintóreo caliente, que consiste de 3800 partes de agua y 40 partes de carbonato sódico anhidro. Se introducen
10. 100 partes de lana celulósica viscosa, seca, en forma de madeja, a 95° C., calentando hasta la ebullición. Después de 15 minutos, se agregan 80 partes de cloruro sódico, y se tinte durante 45 minutos más, a 95-100°. Luego se exprime bien el material a teñir, oxidando 20 minutos al aire libre. Finalmente, se lava
15. a fondo el género, con agua fría. La lana celulósica está teñida en matices azules puros.

EJEMPLO 11.-

20. 10 partes del preparado de materias colorantes, obtenido según el ejemplo 2 ó 5, son hervidas durante cinco minutos con 200 partes de agua de condensación, caliente, y añadidas seguidamente a un baño tintóreo caliente, que en 3800 partes de agua contiene 40 partes de carbonato sódico anhidro, y 2 partes de sulfoxilato sódico de formaldehído. Se introduce 100
25. partes de lana viscosa celulósica seca, en forma de madeja, a 95° C., calentándose hasta la ebullición. Después de 15 minutos, se añaden 80 partes de cloruro sódico, y se tinte durante 45 minutos más, a temperatura de ebullición. Seguidamente se lava la mercadería, a fondo, con agua fría. La lana celulósica queda teñida de negro.

30. EJEMPLO 12.

169904 18 MAY



100 partes del preparado de materias colorantes desecado, obtenido según el ejemplo 5, son diluidas bajo ebullición en 300 partes de agua bajo adición de 100 partes de urea, y la disolución es desleída en 500 partes de una concentración de potasa, usual. Se deja reposar unas cuantas horas, y se estampa con esta composición un tejido de algodón. Después del secado se expone 5 minutos al vapor, en el aparato Mather-Platt, lavando a fondo en agua fría, y saponificando hirviendo. Se obtienen fuertes estampados negros.

10. La oxidación del colorante, puede acelerarse, en caso de necesidad, del modo conocido, verbigracia, por tratamiento con una disolución de perborato. Según el tejido empleado, puede convenir prolongar algo la duración de la exposición al vapor.

EJEMPLO 13.-

15. 80 partes del preparado colorante desecado, obtenido según el ejemplo 4, son diluidas por ebullición en 270 partes de agua, bajo adición de 150 partes de urea, y desleída la disolución en 500 partes de concentración de potasa. Se deja reposar esta composición, aproximadamente dos horas, y se estampa sobre lana celulósica, se seca y se expone al vapor durante 10 minutos, más o menos, en el aparato Mather-Platt. Después de terminado, se obtienen fuertes estampados azules.

La concentración de potasa puede estar compuesta, por ejemplo, como sigue:

25. 110 g de fécula de trigo
170 g de agua
250 g de concentración de tragacanto 60/1000
200 g de polvo de goma británica
170 g de potasa
100 g de glicerina
-
30. 1000 g.



169904

Como es natural, queda sobreentendido que la protección que se recaba para la invención, no queda limitada a los ejemplos de ejecución indicados en la descripción, pues la protección se extiende a todas aquellas formas equivalentes de ejecución basadas en la solución lograda por el invento.

5.

NOTA

Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que esta solicitud se acoge a la prioridad de la patente suiza nº 89.665, depositada el 11 de Febrero de 1944, y se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

10.

1ª.- Procedimiento para la obtención de preparados de materias colorantes, caracterizado por calentar y secar una mezcla de colorantes sulfurosos en unión con productos de descomposición de hidratos de carbono nativos en medio alcalino.

15.

2ª.- Procedimiento para la obtención de preparados de materias colorantes, según la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de emplear como elemento de descomposición de hidratos de carbono, la dextrina, especialmente dextrina blanca.

20.

3ª.- Procedimiento para la obtención de preparados de materias colorantes, según las reivindicaciones 1ª y 2ª, en el que la ejecución o realización del procedimiento se caracteriza por que se calientan colorantes sulfurosos con productos secos de composición de hidratos de carbono nativos, bajo adi-

25.

169904



ción de una solución alcalina concentrada.

5. 4ª.- Procedimiento para la obtención de preparados de materias colorantes, según las precedentes reivindicaciones, en el que el producto colorantes sulfuroso, estable, soluble, se caracteriza por un contenido de materias colorantes sulfurosos -reducidos mediante productos de descomposición de hidratos de carbono nativos-; de álcali, y de productos de descomposición de hidratos de carbono nativos.

10. 5ª.- Procedimiento para la obtención de preparados de materias colorantes.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de trece hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 18 de mayo de 1945.-

GESELLSCHAFT FÜR CHEMISCHE INDUSTRIE IN BASEL.-

p.a.