

3100



206093 206093

Memoria Descriptiva

para

una Patente de Invención,
por veinte años en España

a favor de

la r.s. Southern Dyestuff Corporation
- sociedad norteamericana -

residente en

Charlotte North Carolina (Estados Unidos de América)

por:

" METODO PARA LA PREPARACION DE DISOLUCIONES ACUOSAS DE UN
COLORANTE DE AZUERE REDUCIDO "

Inventores: D. Ewen David Robinson, y
D. David French Mason;
ambos súbditos de E.E.U.U.



206093

El presente invento se refiere a un método para la preparación de tintes o colorantes azufrados y más particularmente a la preparación de disoluciones acuosas concentradas y estables de los mismos.

5 Uno de los objetos del invento es proporcionar un colorante líquido sulfurado en concentración hasta ahora no obtenible, estable y no precipitante y dispuesto ya para el tinte.

Hasta el presente estos colorantes de azufre se han preparado por tionización de productos químicos intermedios adecuados para producir el colorante el cual en la mayoría de los casos luego se aislaba como colorante oxidado insoluble. Este material en polvo o en pasta se solubilizaba por reducción en un medio alcalino. Un ejemplo de este tipo de reducción se describe en las patentes Buchanan norteamericanas con los números 10 2,130,415 y 2,130,416, en el que los colorantes azufrados se reducen por acción de bisulfuro sódico e hidrosulfuro sódico o una mezcla de sulfuro sódico, bisulfuro sódico e hidrosulfuro sódico. La reducción se ha efectuado también emplean- do (a) sosa cáustica e hidrosulfito sódico, (b) sulfuro sódico 15 e hidrosulfito sódico, o (c) por combinación de (a) y (b). Los colorantes sulfurados líquidos preparados por estos métodos se ha comprobado que son excelentes para emplearse en las tintor- 20 torerías y son sin duda superiores a los colorantes anteriormente usados que se presentaban en forma de polvo para las tintor- 25 torerías. Los usuarios tenían entonces que resolver el problema de disolver estos polvos en la tintorería y mantener un con-



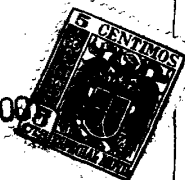
206093

trol adecuado sobre los productos químicos respecto al pH y a la reducción.

Unos colorantes se convierten más fácilmente que otros en disoluciones líquidas concentradas y algunas veces diferentes baños del mismo colorante son de diversa solubilidad. Algunos colorantes tienden a alquitranarse con gran facilidad y en estado de alta concentración, y esta acción alquitranadora puede impedir la consecución del estado debido de solubilización. Cuando se aumenta la concentración del colorante la cantidad de agente reductor necesita muchas veces aumentarse con objeto de lograr resultados óptimos al preparar después el baño tintóreo. Además con ciertos colorantes y por los métodos anteriores, no podían obtenerse disoluciones de una concentración superior a cierto grado máximo, dependiente del contenido sólido de la disolución.

En conformidad con el presente invento hemos logrado preparar disoluciones estables y no precipitantes de colorantes sulfurados reducidos en las concentraciones del grado requerido empleando una pequeña cantidad de un agente hidrotrópico en la preparación de la disolución tintórea. Hemos logrado aumentar la concentración máxima del colorante en un grado considerable, en algunos casos 2 y 3 veces, y utilizar una alcalinidad hasta de 2 % a 4 % sin ocasionar la precipitación del colorante ni formar material alquitranoso. También el empleo de un agente hidrotrópico facilita considerablemente la preparación de estas disoluciones tintóreas, ya que los colorantes sólidos se disuelven más fácilmente en los disolventes acuosos que contienen estos agentes. Algunos colorantes que antes solo

3 1 09 5



206093

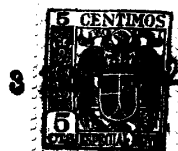
se disolvían con gran dificultad, se pueden ahora disolver fácilmente por nuestro método.

Los colorantes sulfurados a que nos referimos en la presente memoria son los que comunmente se citan como colorantes azufrados y se distinguen en el comercio de los colorantes de tina sulfurados que se consideran como una clase propia. Se dispone de una gran variedad de tonos y colores de colorantes sulfurados, pero las fórmulas de los mismos no se han determinado. Citaremos como ejemplos los tintes líquidos So-Dye-Sul.

Entre estos se encuentran los verdes sulfurados que se obtienen por tionización de 1-arilamino-4' hidroxifenil-4amino-naftaleno y/o el ácido 6,7 u 8 monosulfónico; o el 1-arilamino-4' hidroxifenil-4amino-naftaleno. Otros son los azules azufrados que pueden derivarse de 4-dimetil-amino-4'hidroxifenilamina, 4-amino-3metil-4'hidroxifenilamina ó 4-fenilamino-4'hidroxifenilamina. Otros ejemplos son el Sulfur Black, Sulfur Bordeaux, Sulfur Brown, Sulfur Tan, Sulfur Yellow, Sulfur Navy, Sulfur Red Brown y Sulfur Olive.

Para explicar más y definir los agentes hidrotropicos, la hidrotropía, etc, nos remitimos a la página 8 del libro del Dr. Louis Diserens, titulado "La Tecnología Química del Tinte y Estampado" publicado por Reinhold Publishing Corporation, en el que el autor define el fenómeno de la hidrotropía como "la facultad de sustancias solubles en agua de solubilizar otras sustancias insolubles en agua" y se refiere particularmente al trabajo de investigadores como Neuberg, Tumba, Chelmi y Noll.

Algunos ejemplos no limitativos de los agentes hidrotropicos que hemos encontrado utilizables en nuestro invento, son



206093

las sales alcalinas (de sodio, potasio y amonio) de los ácidos sulfo y carboxílicos del benceno, naftaleno y sus derivados. Ejemplos específicos de estos ácidos son el ácido xileno-sulfónico, el ácido cimeno-sulfónico, el ácido benceno-sulfónico, el ácido p-tolueno-sulfónico, el ácido naftaleno-sulfónico, el ácido metalínico, ácido sulfanílico, ácido bimetil-metanílico, ácido dimetil-sulfanílico, ácido tetrahidronaftaleno-beta-sulfónico, ácido tetrahidronaftaleno-beta-carboxílico, ácido benzil-sulfanílico y ácido dibenzil-sulfanílico, de los que el xileno-sulfonato sódico y el sulfonato p-tolueno-sódico son particularmente activos y se prefieren de modo general en el presente invento. Otros ejemplos de agentes hidrotrópicos son las sales de los ácidos isovalérico e isobutírico y los derivados de la betaina y de modo particular las sulfo-betainas.

En algunos casos se ha descubierto ser ventajoso emplear simultáneamente disolventes como glicoles, poliglicoles o éteres glicólicos juntamente con el hidrótopo.

Aun cuando la cantidad exacta de agente hidrotrópico que se habrá de emplear en cada caso particular depende naturalmente del agente particular y también del estado físico y de las propiedades del colorante particular, de modo general la cantidad variará desde unos 3 % a unos 15 % referida al peso de la disolución final. En la práctica la cantidad mínima de agente requerida para producir la solubilidad deseada y la estabilidad será la que deberá usarse en la disolución de cada colorante. En ciertas condiciones convendrá emplear una combinación de agentes hidrotrópicos.

Según el invento preparamos nuestros colorantes líqui-



206093

dos concentrados disolviendo una cantidad conveniente de un agente hidrotrópico elegido en agua y agregando luego a la disolución la torta prensada de colorante, continuando con la adición de las cantidades requeridas de agentes reductores y de álcalis, si se desea. La mezcla puede calentarse y agitarse lo mismo antes que después de agregar los agentes reductores para acelerar la acción disolvente. El agente hidrotrópico hace que la torta de prensado se disuelva más fácilmente y estabiliza la disolución resultante contra toda precipitación del colorante.

Nuestro invento se ilustra en los siguientes ejemplos específicos aunque no limitativos:

Ejemplo 1.- Sulfurgreen (verde azufre)

100 partes de una torta prensada de sulfurgreen o verde azufre obtenido por tiorización de leuco-indofenol condensado para-amino-fenol con un amino-naftaleno, se mezclaron con 20 partes de p-tolueno-sulfonato sódico, 100 partes de agua, 5 partes de sulfuro sódico desmenuzado y 160 partes de hidrosulfuro sódico al 40 %. La mezcla se calentó agitando a 90° C-95° C, manteniendo la temperatura durante aproximadamente 30 minutos. Se disolvió la torta de prensado y la disolución después de filtrar para eliminar cualquier sustancia extraña, quedó lista para su uso.

Ejemplo 2.- Sulfurblue (azul azufre)

100 partes de torta prensada de un colorante sulfurado azul obtenido por fusión de leuco-indofenol de difenilamina y nitroso-fenol, se mezclaron con 20 partes de tetrahidronaftaleno-sulfonato sódico, 50 partes de agua y entre 80 y 100 partes



206093

de una mezcla de 50-50 de disulfuro sódico al 30 % e hidrosulfuro sódico al 40 %. Calentando y agitando la masa, se obtiene una disolución clara dispuesta para emplearse.

Ejemplo 3.- Azul azufre

5 158 partes de torta prensada de azul azufre obtenido por tionicación del indofenol de dimetil-anilina y nitroso fenol se mezclaron con 142 partes de agua, 40 partes de xileno-sulfonato sódico y se agitó a 60° C. Se agregaron 160 partes de una disolución de hidrosulfuro sódico al 44 % y se continuó
10 agitando a 65-75° C durante 30 minutos. El colorante disuelto y la disolución quedaron preparados para emplearse en el tinte. Esta disolución tenía una concentración aproximadamente doble que la obtenible normalmente sin emplear hidrótopos.

Ejemplo 4.- Sulfur tan (tostado azufre)

15 96 partes de torta prensada obtenida por precipitación de la fusión disuelta de MMD y fusión de azufre, se agregaron a 40 partes de agua conteniendo 10 partes de xileno-sulfonato sódico y se calentó a 60° C. Luego se agregaron 15 partes de
20 sosa cáustica líquida al 50 %, y 80 partes de disolución de hidrosulfuro sódico al 44 %. Se disolvió el colorante y el líquido resultante era aproximadamente de una concentración doble a un líquido normal obtenido del modo usual. La disolución era un líquido muy delgado y filtrable, mientras si se suprimía el hidrótopo solo se hubiera obtenido una suspensión pastosa y
25 espesa.

Ejemplo 5.- Sulfur brown (pardo azufre)

75 partes de torta prensada obtenida por precipitación de la masa fundida disuelta de azufre y un derivado de me

310



206093

tafenileno-diamina, se disolvieron por mezcla con 8 partes de agua, 15 partes de sosa cáustica líquida al 50 %, 10 partes de xileno-sulfonato sódico, 2 partes de tiodietilenoglicol y 40 partes de hidrosulfuro sódico al 44 % y calentando a 70 - 80° C durante 30 minutos. El colorante se disolvió completamente y la disolución resultante era un líquido fluido y ligero libre de toda materia no disuelta. Si de la anterior fórmula se suprime el agente hidrotrópico y el disolvente, entonces resulta una suspensión en la que más del 50 % de la torta prensada queda eliminado al filtrar. El colorante líquido preparado como antes se ha indicado tiene aproximadamente una concentración doble comparada con un tipo normal líquido de este colorante.

Disoluciones tintóreas con las concentraciones descritas en los anteriores ejemplos no se podrían preparar sin auxilio de hidrotropos. La concentración máxima entonces obtenible sería aproximadamente de un tercio a un medio de las concentraciones de las disoluciones descritas. Según nuestra experiencia si quiere lograrse aumentar la concentración tintórea de nuestros colores líquidos debemos comenzar por precipitar o eliminar el alquitrán por enfriamiento o mientras está caliente pero todavía insoluble. Esto posiblemente se debía a que el colorante se precipitaba en algunos casos o dificultaba la solubilidad primitiva. Empleando agentes hidrotrópicos adecuados hemos logrado aumentar grandemente la concentración de colorante de nuestras preparaciones líquidas y hemos conseguido llevar al mercado en el estado concentrado diversos colorantes sulfurados que antes únicamente se podían conseguir en una concentración débil. De modo análogo nos ha ocurrido con los baños anteriores



206093

N O T A

=====

La presente patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Método para la preparación de disoluciones acuosas de un colorante de azufre reducido, caracterizado porque comprende el tratar el colorante de azufre en un medio acuoso alcalino con agentes reductores conteniendo azufre, disolviéndose en el medio acuoso una cantidad pequeña pero eficaz de agente hidrotrópico, gracias a lo cual se mantiene una concentración más elevada del colorante y una concentración más alta de los agentes reductores sin ocasionar ninguna precipitación o la formación de alquitrán en la disolución de colorante.

10 2.- Método según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque la proporción de agente hidrotrópico es de 3 % a 15 % según el peso de la disolución final y la disolución se caracteriza por una alcalinidad cáustica relativamente elevada.

15 3.- Método según lo reivindicado en cualquiera de los puntos precedentes, caracterizado porque la alcalinidad cáustica se encuentra entre 2 % y 4 % próximamente.

20 4.- Método según lo reivindicado en cualquiera de los puntos precedentes, caracterizado porque el agente hidrotrópico es p-tolueno-sulfonato sódico.

25 5.- Método para la preparación de disoluciones acuosas de un colorante de azufre reducido.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.



206093

Consta esta memoria de nueve hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 31 OCT. 1952

A handwritten signature in black ink, appearing to be "U. M. M." or similar, written over the date.