



Application Note AN-PAN-1035

Análisis online automatizado del índigo, el hidrosulfito y otros parámetros en los baños de tinte textil

El tamaño de la molécula de índigo dificulta el tenido de las fibras sintéticas, pero los grandes poros de la celulosa (como en el algodón) lo aceptan fácilmente. El índigo es insoluble en agua, por lo que primero debe reducirse a la forma leuco-índigo soluble en agua mediante hidrosulfito de sodio en un baño alcalino fuerte. Es imprescindible que haya una buena

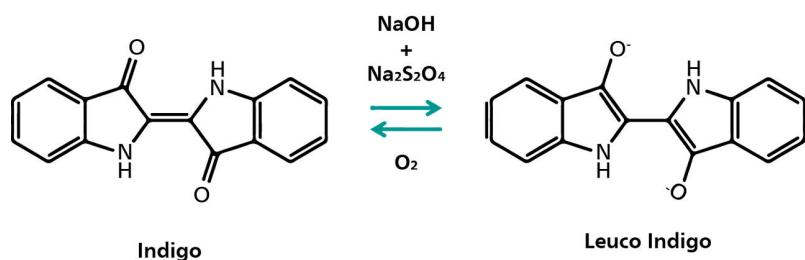
circulación dentro del baño para que la cobertura del tinte sea consistente, pero hay que tener cuidado de no introducir oxígeno. Las telas deben oxidarse entre inmersiones en el baño de tinte para fijar el índigo dentro de los poros de las fibras, pero son necesarias múltiples inmersiones para obtener una cobertura más oscura y uniforme.

Esta nota de aplicación de procesos se centra en el control de índigo, hidrosulfito y otros parámetros en baños de tintes textiles utilizando los analizadores de procesos potenciométricos 2035 y 2060 TI de Metrohm Process Analytics. Es necesario monitorear y

Índigo ($C_{16}H_{10}N_2O_2$, también conocido como 2,2'-bis(2,3-dihydro-3-oxoindolyliden)) tiene una historia bastante larga y se originó en la India como un tinte orgánico de color azul oscuro extraído de las plantas. La rareza de un color tan vibrante llevó a su comercio como artículo de lujo en muchas civilizaciones antiguas. La seda, la lana y el algodón se tineron con índigo, y quienes usaban telas de ese color lo hacían como un signo de riqueza. A fines del siglo XIX, BASF

controlar muchos parámetros críticos para garantizar una alta calidad del producto final: el valor de pH para la dosificación adecuada de NaOH (álcali), las concentraciones de hidrosulfito e índigo, así como la temperatura del baño e incluso el potencial redox.

descubrió un proceso sintético para crear industrialmente el compuesto índigo y todavía se usa en la actualidad. El algodón acepta especialmente el compuesto índigo debido al gran tamaño de los poros en las fibras de celulosa y no libera la molécula fácilmente después de que se fija el tinte. Esta combinación de color y robustez condujo al auge mundial de la mezclilla/blue jeans en el siglo pasado, y ya no se considera raro ni un indicador de riqueza.



Reaction 1. Reacción general de la reducción del índigo a leuco-índigo por ditionito de sodio.

El índigo en sí mismo es insoluble en agua, por lo que para poder utilizarlo correctamente como tinte, primero debe reducirse con hidrosulfito de sodio (ditionito de sodio, $Na_2S_2O_4$) (**reacción 1**) en un baño alcalino fuerte. Se le conoce como tinte de tina, llamado así porque el proceso de tenido se lleva a cabo en un baño contenido llamado «tina». La reducción produce una molécula soluble en agua llamada leuco-índigo (índigo blanco). En realidad, se trata más de un compuesto amarillo verdoso que se

convierte de nuevo en la forma azul insoluble en agua en presencia de oxígeno. Es necesaria una buena circulación dentro de la tina para una cobertura consistente de los compuestos, aunque se debe tener precaución para limitar la cantidad de oxígeno introducido. La tina se mantiene a temperaturas más altas (hasta 80 °C) que deben mantenerse constantes, ya que esto afecta otros parámetros como el pH, el consumo del agente reductor y la difusión del leuco-índigo en las fibras textiles.

Se necesitan varios baños para tener adecuadamente las telas junto con los sistemas de circulación para mantener estables las concentraciones en toda la tina debido a la naturaleza coloidal de la gran molécula de tinte. Los textiles se sumergen y se mueven suavemente alrededor de los baños de tinte calientes circulantes para garantizar una cobertura uniforme sin introducir un exceso de oxígeno. Se requieren múltiples inmersiones para obtener un color azul más oscuro en el producto terminado, teniendo cuidado de oxidar la tela entre cada inmersión para atrapar el leuco-índigo dentro de las fibras. El índigo oxidado no se enjuagará fácilmente cuando se lave la tela porque ahora es insoluble en agua nuevamente. Las telas sintéticas son más difíciles de teñir con índigo porque las moléculas grandes tienen más dificultad para penetrar sus fibras apretadas.

Para lograr un color uniforme, es necesario controlar muchos parámetros en los procesos de teñido continuo: el pH para la dosificación adecuada de NaOH (álcali), las concentraciones de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ e

índigo, así como la temperatura de la cuba. El potencial redox del baño de tinte también debe controlarse para tener adecuadamente la tela. Los métodos de laboratorio manuales pueden ser bastante engorrosos y pueden introducir sesgos según el analista. Por lo tanto, la complejidad del proceso requiere un análisis en línea o en línea de los baños de tinte para obtener los resultados más precisos. Una excelente opción para monitorear en línea el índigo, el hidrosulfito y otros parámetros como el pH y la conductividad en los baños de tinte es el **Analizador de procesos 2035: potenciométrico (Figura 1)** de Metrohm Process Analytics. Junto con el sistema de circulación de la planta, estos analizadores de procesos en línea de respuesta rápida pueden ayudar a mantener un alto rendimiento del baño de tinte sin perder dinero por el consumo excesivo de productos químicos debido a procesos ineficientes, asegurando que la calidad de la tela teñida permanezca constante.



Figure 1. Analizador potenciométrico 2035 de Metrohm Process Analytics.

APLICACIÓN

Las titulaciones monotónicas simultáneas de hidrosulfito e índigo en banos de colorante índigo se realizan en un recipiente cerrado bajo gas nitrógeno con ferricianuro de potasio ($K_4Fe[CN]_6$) como valorante y mezcla de reactivos (NaOH + agente dispersante). Los analizadores de procesos

Potenciométricos 2035 y 2060 TI de Metrohm Process Analytics (**Figuras 1 y 2**) son ideales para la ejecución totalmente automática de estos análisis, así como parámetros adicionales como el pH o la conductividad.

Tabla 1. Parámetros de medición del bano de tinte textil

Parámetros	Gama
hidrosulfito	0,25–4 g/L
Índigo	0,25–7 g/L (puede expandirse para medir rangos más altos)

COMENTARIOS

El análisis de hidrosulfito de sodio e índigo debe realizarse bajo N_2 gas para evitar la evaporación y oxidación del tinte con el aire ambiente. Si la línea de muestra contiene partículas de tela, debe filtrarse

antes de la entrada de muestra del analizador para evitar obstrucciones. Este método también se puede utilizar para aplicaciones de tenido de bucles para hilos e hilos.

CONCLUSIÓN

El analizador de procesos Metrohm Process Analytics 2060 TI y el analizador de procesos potenciométrico 2035 no solo pueden medir la concentración de

índigo e hidrosulfito, sino también mediciones de pH y conductividad para brindar un estado de salud general de los banos de tinte sin demora.



Figure 2. 2060 TI Process Analyzer de Metrohm Process Analytics.

BENEFICIOS DE LA TITULACIÓN EN PROCESO

- Detectar alteraciones del proceso mediante análisis automatizado.
- Mayor rendimiento del producto, reproducibilidad, tasas de producción y rentabilidad.
- Mejor uniformidad de color se logra monitoreando constantemente la composición química de los banos.
- Diagnóstico completamente automatizado – alarmas automáticas para cuando las muestras de baño están fuera de los parámetros especificados.



CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



2035 Process Analyzer: potenciométrico

El 2035 Process Analyzer para titulación potenciométrica y medidas ion-selectivas realiza análisis con electrodos y reactivos de titulación especializados. Además, esta versión del 2035 Process Analyzer también está indicada para el análisis ion-selectivo mediante los electrodos de alto rendimiento de Metrohm. Esta precisa técnica de adición de patrón es ideal para matrices de muestra más difíciles.

La versión potenciométrica del instrumento de análisis ofrece los resultados más precisos de todas las técnicas de medida disponibles en el mercado. Con mucho más de 1000 aplicaciones ya disponibles, la titulación también es uno de los métodos de análisis más usados en casi cualquier sector para cientos de componentes que van desde el análisis ácido/base a concentraciones de metales en banos galvánicos.

La titulación es uno de los métodos químicos absolutos más usados hoy en día. La técnica es sencilla y no se necesita calibración.

Algunas opciones de titulación disponibles para esta configuración:

- Titulación potenciométrica
- Titulación colorimétrica con tecnología de fibra óptica
- Determinación de humedad basada en el método de titulación Karl Fischer



2060 Process Analyzer

El 2060 Process Analyzer es un instrumento de análisis de química húmeda online que sirve para innumerables aplicaciones. Este instrumento de análisis de procesos ofrece un nuevo concepto de modularidad que consiste en una plataforma central, denominada "armario básico".

El armario básico consta de dos secciones. La sección superior contiene una pantalla táctil y un ordenador industrial. La sección inferior contiene la parte húmeda flexible donde se aloja el hardware para el análisis propiamente dicho. Si la capacidad básica de la parte húmeda no es suficiente para resolver un desafío analítico, entonces el armario básico puede ampliarse a hasta cuatro armarios más de parte húmeda para asegurar el espacio suficiente para resolver incluso las aplicaciones más difíciles. Los armarios adicionales pueden configurarse de tal manera que cada armario de parte húmeda puede combinarse con un armario de reactivos con detección de nivel integrada (sin contacto) para aumentar el tiempo de funcionamiento del instrumento de análisis.

El 2060 Process Analyzer ofrece diferentes técnicas de química húmeda: titulación, titulación Karl Fischer, fotometría, medida directa y métodos de adición de patrón.

Para cumplir con todos los requisitos del proyecto (o para satisfacer todas sus necesidades) se pueden proporcionar sistemas de preacondicionamiento de muestras para garantizar una solución analítica robusta. Suministramos prácticamente cualquier sistema de preacondicionamiento de muestras, como sistemas de refrigeración o calentamiento, reducción de presión y desgasificación, filtración, etc.