



Application Note AN-PAN-1035

Analisi online automatizzata di indaco, idrosolfito e altri parametri nei bagni di tintura per tessuti

RIASSUNTO

Le dimensioni della molecola di indaco rendono difficile la tintura delle fibre sintetiche; al contrario, i pori grandi della cellulosa (come ad esempio nel cotone) la accettano immediatamente. L'indaco è insolubile in acqua, quindi deve essere prima ridotto in indaco bianco idrosolubile mediante idrosolfito di sodio in un bagno alcalino forte. Affinché la copertura della tintura sia omogenea, è fondamentale una buona circolazione all'interno del bagno; tuttavia, bisogna prestare attenzione a non introdurre ossigeno. I tessuti devono essere ossidati tra le immersioni nel bagno di tintura per fissare l'indaco

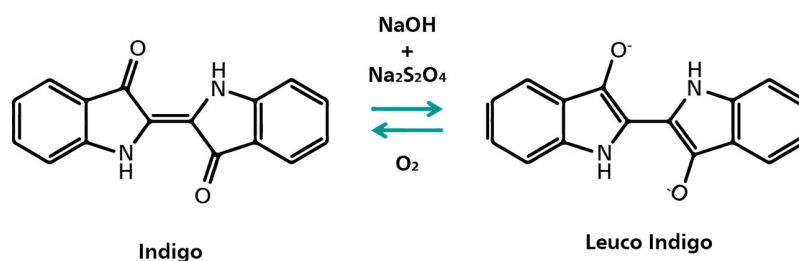
all'interno dei pori delle fibre, ma sono necessarie più immersioni per una copertura più scura e uniforme.

Questa Application Note di processo è incentrata sul monitoraggio di indaco, idrosolfito e altri parametri nei bagni di tintura tessile utilizzando gli analizzatori di processo potenziometrico 2035 e 2060 TI di Metrohm Process Analytics. Molti parametri critici devono essere monitorati e controllati per garantire un'elevata qualità del prodotto finale: il valore del pH per un corretto dosaggio di NaOH (alcali), le concentrazioni di idrosolfito e indaco, nonché la temperatura del bagno e persino il potenziale redox.

INTRODUZIONE

L'indaco ($C_{16}H_{10}N_2O_2$, altrimenti noto come 2,2'-bis(2,3-diidro-3-ossindoliden)) ha una storia piuttosto lunga, originario dell'India come colorante organico di colore blu intenso estratto dalle piante. La rarità di un colore così vivace ha portato al suo commercio come merce di lusso in molte civiltà antiche. La seta, la lana e il cotone erano tinti con l'indaco e coloro che indossavano tessuti così colorati lo facevano in segno di ricchezza. Entro la fine del 19° secolo, alla BASF fu scoperto un processo sintetico per

creare industrialmente il composto indaco ed è ancora in uso oggi. Il cotone accetta particolarmente il composto indaco a causa della grande dimensione dei pori nelle fibre di cellulosa e non rilascia facilmente la molecola dopo che il colorante è stato fissato. Questa combinazione di colore e robustezza ha portato all'ascesa globale del denim/blue jeans nel secolo scorso, e non è più visto come raro o un indicatore di ricchezza.



Reaction 1. Reazione complessiva della riduzione dell'indaco a leuco-indaco da parte della ditionite di sodio.

L'indaco stesso è insolubile in acqua, quindi per essere utilizzato correttamente come colorante, deve essere prima ridotto con idrosolfito di sodio (ditiotionite di sodio, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) (**Reazione 1**) in un bagno fortemente alcalino. È noto come colorante in tino, così chiamato perché il processo di tintura avviene in un bagno contenuto chiamato «tino». La riduzione produce una molecola idrosolubile denominata leuco-indaco (bianco indaco). Questo è in realtà più di un composto giallo-verde che si riconverte nella forma blu insolubile in acqua in presenza di ossigeno. Una buona circolazione all'interno della vasca è necessaria per una copertura costante dei composti, sebbene sia necessario prestare attenzione per limitare la quantità di ossigeno introdotta. La vasca viene mantenuta a temperature più elevate (fino a 80 °C) che devono essere mantenute costanti, poiché ciò incide su altri parametri come il pH, il consumo dell'agente riducente e la diffusione del leuco-indaco nelle fibre tessili.

Sono necessari più bagni per tingere correttamente i tessuti insieme a sistemi di circolazione per mantenere le concentrazioni stabili in tutta la vasca a causa della natura colloidale della grande molecola di colorante. I tessuti vengono immersi e spostati delicatamente intorno ai bagni di tintura caldi in circolazione per garantire una copertura uniforme

senza introdurre ossigeno in eccesso. Sono necessarie più immersioni per un colore blu più scuro nel prodotto finito, con cura di ossidare il tessuto tra ogni immersione per intrappolare il leuco-indaco all'interno delle fibre. L'indaco ossidato non si risciacqua facilmente quando il tessuto viene lavato perché ora è di nuovo insolubile in acqua. I tessuti sintetici sono più difficili da tingere con l'indaco perché le grandi molecole hanno più difficoltà a penetrare nelle loro fibre fitte.

Per ottenere un colore uniforme, è necessario controllare molti parametri per i processi di tintura in continuo: il pH per un corretto dosaggio di NaOH (alcali), le concentrazioni di entrambi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ e indaco, così come la temperatura della vasca. Anche il potenziale redox del bagno di tintura deve essere controllato per una corretta tintura del tessuto.

I metodi manuali di laboratorio possono essere piuttosto ingombranti e possono introdurre pregiudizi a seconda dell'analista. Pertanto, la complessità del processo richiede l'analisi in linea o online dei bagni di tintura per ottenere risultati più precisi. Un'ottima scelta per il monitoraggio online dell'indaco, dell'idrosolfito e di altri parametri come il pH e la conducibilità nei bagni di tintura è il **2035 Process Analyzer - Potenzimetrico (Figura 1)** di Metrohm Process Analytics. Insieme al sistema di circolazione



Figure 1. 2035 Analizzatore potenziometrico di Metrohm Process Analytics.

APPLICAZIONE

Le titolazioni monotoniche simultanee di idrosolfito e indaco in bagni di colorante indaco vengono eseguite in un recipiente chiuso sotto azoto gassoso con ferricianuro di potassio ($K_4Fe[CN]_6$) come titolante e una miscela di reagenti (NaOH + agente disperdente).

Gli analizzatori di processo Metrohm Process Analytics 2035 e 2060 TI (**Figure 1 e 2**) sono ideali per l'esecuzione completamente automatica di queste analisi, nonché parametri aggiuntivi come pH o conducibilità.

Tabella 1. Parametri di misurazione del bagno di tintura tessile

Parametri	Gamma
Idrosolfito	0,25–4 g/l
Indaco	0,25–7 g/l (può essere ampliato per misurare intervalli più elevati)

NOTE

L'analisi dell'idrosolfito di sodio e dell'indaco deve essere effettuata sotto gas N_2 per prevenire l'evaporazione e l'ossidazione del colorante con l'aria ambiente. Se la linea del campione contiene particelle

di tessuto, è necessario filtrarla prima dell'ingresso del campione dell'analizzatore per evitare ostruzioni. Questo metodo può essere utilizzato anche per applicazioni di tintura ad anello per fili e filati.

CONCLUSIONE

Metrohm Process Analytics 2060 TI Process Analyzer e 2035 Potentiometric Process Analyzer non solo possono misurare la concentrazione di indaco e

idrosolfito, ma anche misure di pH e conducibilità per fornire senza indugio uno stato di salute generale dei bagni di colorante.



Figure 2. Analizzatore di processo TI 2060 di Metrohm Process Analytics.

VANTAGGI DELLA TITOLAZIONE NEL PROCESSO

- Rileva i disturbi del processo tramite analisi automatizzate.
- Aumento della produttività del prodotto, riproducibilità, tassi di produzione e redditività.
- Migliore uniformità del colore si ottiene monitorando costantemente la composizione chimica dei bagni.
- Diagnostica completamente automatizzata – allarmi automatici per quando i campioni del bagno non rientrano nei parametri specificati.



CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



2035 Process Analyzer - Potenzimetrico

Il 2035 Process Analyzer per la titolazione potenziometrica e le misure ione-selettive esegue le analisi con elettrodi dedicati e titolanti. Inoltre, questa versione del 2035 Process Analyzer è adatta anche per le analisi ionoselettive utilizzando gli elettrodi ad alte prestazioni Metrohm. Questa accurata tecnica di aggiunta standard è l'ideale per le matrici dei campioni più difficili.

La versione potenziometrica dell'analizzatore offre i risultati più accurati di tutte le tecniche di misura disponibili sul mercato. Con ben più di 1000 applicazioni già disponibili, la titolazione è anche uno dei metodi più usati per l'analisi in quasi ogni settore per centinaia di componenti che variano dall'analisi acido/base alle concentrazioni di metalli nei bagni di placcatura.

La titolazione è uno dei metodi chimici più diffusi in assoluto in uso oggi. La tecnica è semplice e non ha bisogno di calibrazione.

Alcune opzioni di titolazione disponibili per questa configurazione:

- Titolazione potenziometrica
- Titolazione colorimetrica con tecnologia a fibra ottica
- Determinazione dell'umidità basata sul metodo di titolazione Karl Fischer



2060 Process Analyzer

Il 2060 Process Analyzer è un analizzatore chimico per via umida online adatto a innumerevoli applicazioni. Questo analizzatore di processo prevede un nuovo concetto di modularità che consiste in una piattaforma centrale, chiamata «armadio di base».

L'armadio di base è composto da due parti. La parte superiore contiene uno schermo tattile e un PC industriale. La parte inferiore contiene una parte flessibile a umido in cui è alloggiato l'hardware per l'analisi effettiva. Se la capacità di base della parte a umido non è sufficiente a risolvere le sfide delle vostre analisi, è possibile aggiungere all'armadio di base fino a quattro ulteriori armadi con parte a umido per garantire uno spazio sufficiente a risolvere le sfide anche delle applicazioni più impegnative. Gli armadi aggiuntivi possono essere configurati in modo tale da combinare ciascun armadio con parte a umido con un armadio per reagente con rilevamento del livello (non a contatto) integrato, in modo migliorare il tempo di funzionamento dell'analizzatore.

Il 2060 Process Analyzer permette di eseguire diverse tecniche chimiche per via umida: titolazione, titolazione Karl Fischer, fotometria, misurazione diretta e metodi di aggiunta standard.

Per soddisfare tutti i requisiti del progetto (o tutte le vostre esigenze), sono disponibili sistemi di condizionamento del campione, a garanzia di una soluzione per analisi robusta. Possiamo offrire qualunque sistema di condizionamento del campione, ad esempio sistemi di raffreddamento o riscaldamento, degassificazione e riduzione della pressione, filtraggio e tanto altro.