

Case 6406/E

36424A



TECNICA  
P A T E N T E CLASIFICACION I. P. C.  
DE CLASE B  
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE DISPERSIONES DE COLORANTES BASICOS", a favor de CIBA SOCIETE ANONYME, entidad suiza, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

#### MEMORIA DESCRIPTIVA

- Se sabe que los colorantes básicos se emplean en forma de soluciones generatrices concentradas. Pueden evitarse así ciertas desventajas que se presentan cuando se emplean los colorantes en forma de polvo finamente molido, como son, por ejemplo, la producción de polvillo, dificultades de disolución y formación de espuma. Además, los colorantes en forma líquida tienen menor volumen para el transporte y se pueden también dosificar con mayor facilidad. A causa de la solubilidad en parte escasa de las sales usuales de los colorantes básicos, para la preparación
- 5.
  - 10.



de dichas soluciones generatrices concentradas, resistentes al calor y a la congelación, son aptas sobre todo las sales de colorantes básicos que contienen como aniones los de ácidos carboxílicos solubles en agua.

5. En calidad de solubilizantes y al mismo tiempo, eventualmente, de disolventes se emplean para ello alcoholes polivalentes solubles en agua, líquidos a la temperatura ordinaria, o sus éteres, o bien poliéteres solubles en agua. Particularmente aptos son los alcoholes bi-
10. valentes y trivalentes y sus éteres de peso molecular bajo; por ejemplo, etilenglicol, dietilenglicol, éter monoetílico de etilenglicol, éter monoetílico de dietilenglicol, acetato de éter monoetílico de dietilenglicol, éter monobutílico de dietilenglicol, éter monobutílico de trietilenglicol,
15. trietilenglicol, dipropilenglicol, glicerina y éter 1,3-dietílico de glicerina. Se han propuesto también como solubilizantes: amidas, lactamas y lactonas líquidas y solubles en agua o nitrilos que eventualmente contienen grupos oxi, como, por ejemplo, formamida, dimetilformamida, N-metilpi-
20. rrolidona, butirolactona, acetonitrilo o beta-hidroxipropionitrilo. Se han citado además como solubilizantes o al mismo tiempo eventualmente como disolventes otros compuestos líquidos, como por ejemplo el lactato de etilo, el oxibutirato de etilo, el alcohol diacetónico, el alcohol tetrahidrofurfurílico, la acetnilacetona, el sulfolano, el sulfóxido
- 25.





- antraquinónica, quinonimínica, acínica, oxacínica, diacínica, perinónica, naftoquinónica, indigoide, quinoftalónica, pirazolónica, xanténica, acrídinica, quinolínica, cianínica, cianínica, ftalocianínica, azometínica o, en particular, monoazoica, disazoica o poliazoica. De conveniencia estos colorantes, exentos de grupos hidrosolubilizantes ácidos (en particular, de grupos de ácido sulfónico y de ácido carboxílico), se emplean en forma de sus sales ordinarias, como por ejemplo, de los fosfatos, los sulfatos, los hidratos, los arilsulfonatos y los haluros, o también en forma de los acetatos, en cuyo caso los colorantes deben tener la mayor pureza posible, es decir, carecer de sales inorgánicas.

- En la preparación de las dispersiones de este invento debe cuidarse de elegir tal tamaño granular del colorante que durante largo tiempo (por ejemplo, durante dos o más meses), y aún a 40°C, no se produzca ninguna sedimentación, ni tampoco ninguna gelificación, o a lo sumo exista tendencia a tixotropía. Resulta ventajoso un tamaño mediano de partículas de 0,1 a 20 micras. La preparación de las nuevas dispersiones se efectúa de la manera más ventajosa sometiendo el colorante básico, o eventualmente la mezcla de colorantes básicos, en presencia de cuerpos molturadores, a una elaboración mecánica y retirando luego los cuerpos molturadores. Los cuerpos molturadores que han de emplearse según este pro-



- cedimiento deben tener la propiedad de poderse retirar más tarde de dicho medio, es decir, no deben disolverse, o disolverse sólo de modo insignificante, en el medio de molturación ni reaccionar químicamente con éste. Dado
5. que aquí, al contrario de lo que ocurre con las dispersiones de colorantes insolubles en agua, no es posible la eliminación por lavado, o sea el empleo de cuerpos molturadores solubles en agua, la separación se efectúa de la manera más ventajosa a base de la diferencia de tamaño de las partículas, o sea en particular por cernido o filtración. En
10. consecuencia, son aptos sobre todo como cuerpos molturadores los que presentan dimensiones mucho mayores que los aglomerados de colorantes, es decir, la molturación se efectúa convenientemente en molinos de bolas, molinos de atrición o en especial molinos de arena. En ciertas circunstancias puede ser conveniente una molturación previa con
15. un agregado molturador de acción mas grosera.

- En casos especiales puede resultar ventajoso añadir tensiuros a los medios de molturación, aunque aquí
20. sólo entran en cuenta los tensiuros no ionógenos o cationacticos. Si se desea, puede añadirse todavía una pequeña cantidad (por ejemplo, de 0,1 a 3%) de un agente antiespumante.

- La molturación se realiza con ventaja a la temperatura ambiente o a lo sumo a temperatura ligeramente
25. alta; si es preciso, con refrigeración intensa. El resultado



de dicha elaboración mecánica es una dispersión final del colorante básico empleado en el medio de molturación respectivo, dispersión que contiene todavía los cuerpos molturadores. La eliminación de estos cuerpos molturadores

5. de la dispersión se efectúa ventajosamente por cernido o succión o respectivamente filtración. Las proporciones cuantitativas entre colorante y medio molturador líquido pueden variarse dentro de límites relativamente amplios, y asimismo puede cambiarse dentro de límites amplios la
10. proporción cuantitativa entre el colorante y los cuerpos molturadores. Una porción relativamente pequeña de cuerpos molturadores por ejemplo, alrededor de una quinta parte de la cantidad del género molido) conduce a tiempos de elaboración largos. Se emplean con ventaja tantas partes
15. a lo menos de cuerpos molturadores como de género molido; pero en general no debe usarse más de una cantidad cinco veces mayor de cuerpos molturadores, pues de otro modo se influye desfavorablemente en la tenacidad de la masa que se ha de elaborar. La proporción cuantitativa entre
20. colorante y líquido se elige para mayor ventaja de modo que las dispersiones de este invento contengan los colorantes en concentraciones altas; por ejemplo, de 10 a 80 % en peso y, preferentemente, de 10 a 50% en peso.

- Las dispersiones de este invento, a pesar
25. de la gran proporción de colorante, se mantienen estables



- aún con el reposo prolongado. Presentan de conveniencia una viscosidad de 100 a 250 centipoises aproximadamente a 20°C (medida con el Viskospatel de Rossmann), son miscibles en cualquier proporción con el agua y en parte
5. también con disolventes orgánicos apropiados y se pueden dosificar volumétricamente con facilidad. Es ventajoso que presenten un punto de ebullición no inferior a 80° y, preferentemente, no inferior a 100° C. Sirven sobre todo para preparar soluciones colorantes para el papel y en particular para las fibras textiles por los métodos tintóreos usuales para los colorantes básicos=; pero también son utilizables para otros fines como, por ejemplo, para la preparación de tintas, de tintas de imprimir para instrumentos indicadores, de almohadillas para timbres, de cintas para máquinas de escribir, etcétera.
  - 10.
  - 15.

En los ejemplos que siguen, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están expresadas en grados centígrados.



EJEMPLO 1

- A 582 partes de etilenglicol seco (0,1 % de contenido de agua) se añaden 310 partes del colorante azul C.I. Basic Blue 80, seco y molido. Después de realizada la humectación, se muele previamente la preparación en un molino húmedo para que pase por un tamiz de 0,2 mm de luz de mallas. Luego se muele la suspensión en un molino de arena durante 24 horas. El aumento de viscosidad que se produce se compensa de manera continua por adición de un total de 1092 partes de etilenglicol, procediendo de manera que la temperatura no sobrepase los 48°.
- 5.
- 10.

- La suspensión así preparada es estable, tanto en el aspecto químico como en el aspecto físico, aún después de un año de almacenamiento a temperaturas entre -20° y +60°. Se obtiene una suspensión de propiedades semejantes pero con el doble de intensidad tintórea, si como medio de molturación se emplean, en lugar del total de 1674 partes de etilenglicol, 682 partes de 1,2-propilenglicol o trietilenglicol y se procede de la misma manera que se ha indicado antes.
- 15.
- 20.



### EJEMPLO 2

5. Se muelen con arena durante 2 horas 52 partes del colorante azul C.I. Basic Blue 22, seco, junto con 98 partes de dietilenglicol. La suspensión de colorante que así se origina se mantiene estable durante meses, aún a 60°.

Si se efectúa la misma molturación en trietilenglicol o formamida, se obtienen preparados de propiedades semejantes.

10. Si se efectúa la misma molturación en 248 partes de etilenglicol como medio de suspensión, se obtiene un preparado de propiedades semejantes y una intensidad tintórea de la mitad.

### EJEMPLO 3

15. En un molino de arena se muelen durante 6 horas 52 partes del colorante rojo burdeos C.I. Basic Red 59, seco, en 98 partes de etilenglicol. Se obtiene un preparado líquido cuya estabilidad química y física se mantiene durante meses a temperaturas entre -20 y +60°.

20. Se obtienen preparados de propiedades semejantes si, en lugar de etilenglicol, se emplea una cantidad igual de 1,2-propilenglicol o dietilenglicol y se procede en lo demás tal como se ha indicado.



EJEMPLO 4

- Se añaden 130 partes del colorante amarillo anaranjado C.I. Basic Orange 43, seco, a 170 partes de dietilenglicol y se muele la mezcla con arena durante
5. 12 horas. La suspensión así obtenida se mantiene estable durante meses, tanto en el aspecto químico como en el aspecto físico, aún a temperaturas elevadas (60°).

EJEMPLO 5

- Se suspenden en 83 partes de dietilenglicol
10. 67 partes del colorante rojo C.I. Basic Red 54, seco, y se muele la suspensión durante 6 horas en un molino de arena. En el preparado colorante que se obtiene el colorante no se sedimenta y las propiedades físicas y químicas se conservan durante meses aún a 60°.

15. EJEMPLO 6

- Se someten a una molturación de ocho horas
- 54 partes del colorante C.I. Basic Red 60, purificado y ampliamente exonerado de sales inorgánicas, secado y molido, junto con 216 partes de etilenglicol y 300 volúmenes
20. de arena de Ottawa. Transcurrido dicho tiempo, la visco-

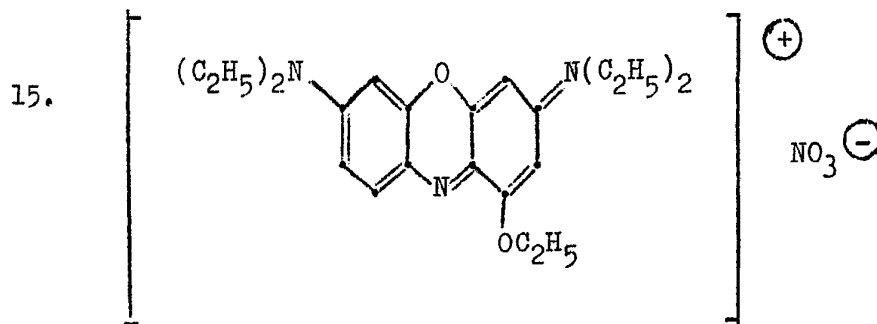


- sidad es de unas 200 centipoises (medida con el Viskospatél de Rossmann) y después de la centrifugación el género molido, todavía de buena fluencia, no presenta ninguna sedimentación. Después de separar el agente auxiliar de molidura, se origina una suspensión estable física y químicamente durante meses, aún a temperaturas elevadas (+60°).
- 5.

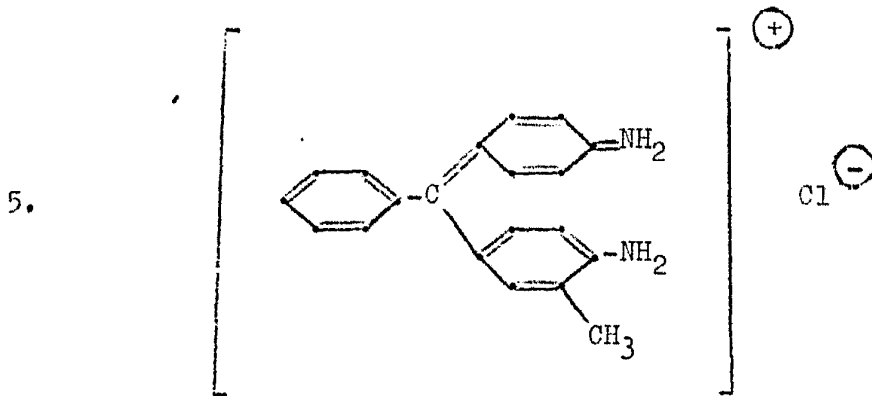
EJEMPLO 7

- Se depositan 147 partes de 1,2-propilenglicol y, agitando, se introducen consecutivamente los cuatro colorantes siguientes:
- 10.

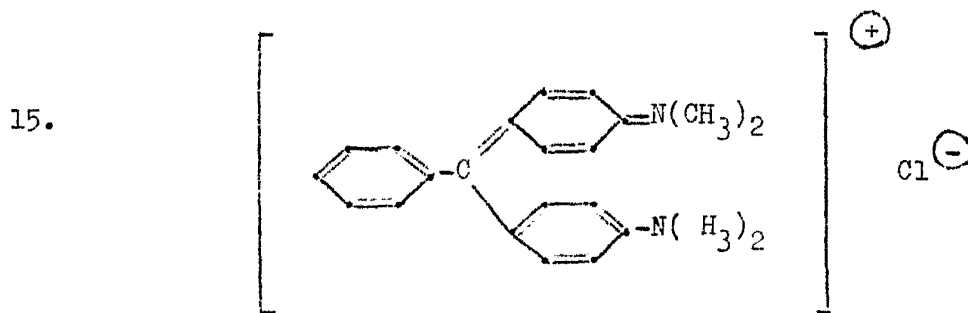
9 partes del colorante azul, seco, de la fórmula



20. 13 partes del colorante rojo, seco, de la fórmula



10. 11 partes del colorante C.I. Basic Brown, seco, y  
11 partes del colorante verde, seco, de la fórmula



20. Se muele esta mezcla durante 40 minutos en  
un molinò de arena y, después de separar los cuerpos mol-  
turadores, se obtiene una dispersión estable, fluida, que



aún después de tres meses de almacenamiento no manifiesta ninguna alteración física o química.

Se llega a preparados fluidos de propiedades semejantes si, en lugar del propilenglicol, se emplean

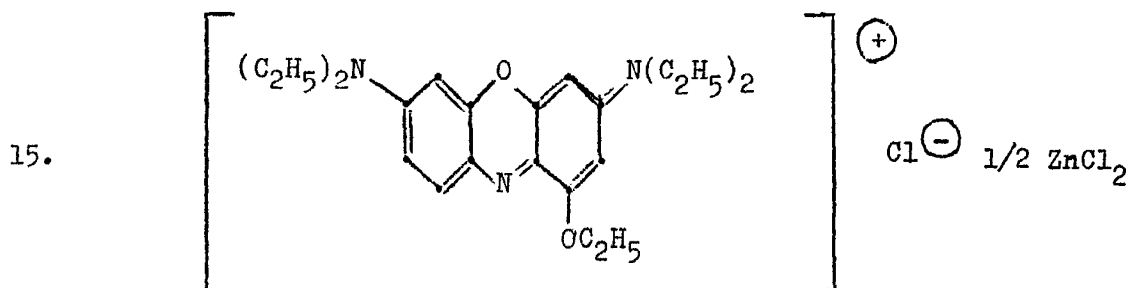
5. las mismas partes de dietilenglicol, de éter monoetílico de dietilenglicol o de tiodiglicol y se procede en lo demás tal como se ha indicado antes.

### EJEMPLO 8

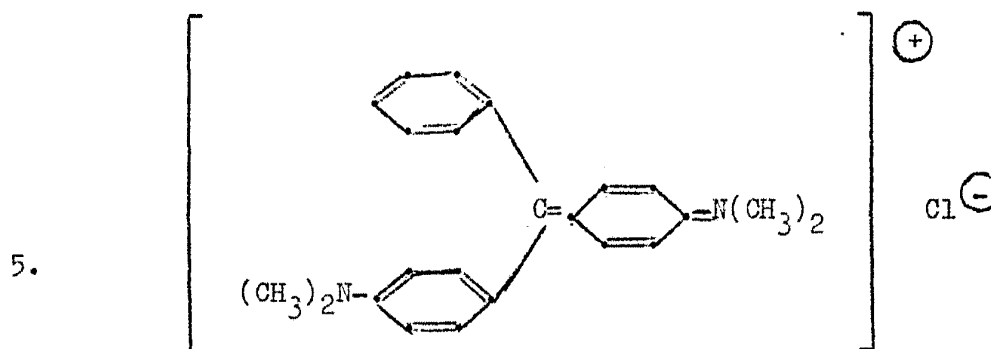
Agitando, se introducen consecutivamente

10. en 76 partes de etilenglicol

8 partes del colorante azul, seco, de la fórmula



20. 39 partes del colorante rojo C.I. Basic Red 54, seco, y  
17 partes del colorante verde de la fórmula



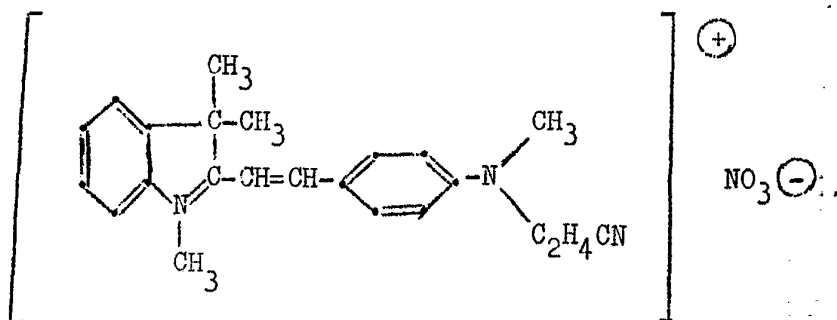
10. Se añaden a la preparación 350 partes de arena y, después de 6 horas de molturación de la mezcla en un molino de arena, se separa ésta por filtración. Se obtiene una dispersión flúida, estable, que no muestra alteración ninguna después de varios meses de almacenamiento a 40°:

15. EJEMPLO 9

Agitando, se introducen en 134 partes de etilenglicol 16 partes del colorante rojo, seco, de la fórmula



5.



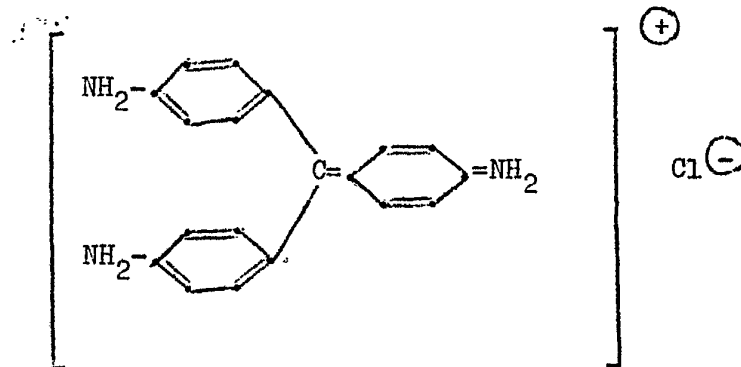
10. y a continuación se añaden 400 partes de arena y se muele la mezcla durante 15 horas en un molino de arena. Diez minutos antes del final de la molturación se añaden a la preparación 2 partes de un tensiuro no iónogeno, preparado por adición de 1,8 partes de óxido de etileno a 1 parte de p-terciocetilfenol. Después de filtrar, se obtiene una dispersión flúida, estable, que no se altera después de almacenamiento.
- 15.

EJEMPLO 10

Agitando, se introducen en 180 partes de dipropilenglicol 30 partes del colorante rojo, seco, de la fórmula



5.



Luego se añaden a la preparación 600 partes de arena y se muele la mezcla durante 10 horas en un molino de arena.

10. Después de filtrar, se obtiene una dispersión flúida, estable, que no muestra ninguna alteración después de bvarios meses de almacenamiento a 40°.

Se obtiene una dispersión estable de propiedades semejantes si se reemplazan las 180 partes de di-propilenglicol por 180 partes de trietilenglicol y se procede en lo demás tal como se ha indicado.

15.

364247



N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patentes suizas núms. 3084/68 del 1.3.68 y 19.185/68 del 23.12.68.

5. 1. Procedimiento para la preparación de dispersiones de colorantes básicos, caracterizado porque se efectúa una elaboración mecánica o molturación del conjunto colorante y medio de dispersión en presencia o no de cuerpos molturadores, que pueden separarse de la dispersión por cernido o filtración, verificándose la molturación en un molino de bolas, molino de atrición o molino de arena, a la temperatura ambiente o con refrigeración, manteniéndose una relación cuantitativa o de colorante a medio de dispersión entre 1:9 y 4:1, preferentemente entre 1:9 y 1:1
10. y en particular entre 1:6 y 1:2 y, eventualmente, diluirse la dispersión por adición de más medio de dispersión y por contener un tensiuro no iónogeno cationactivo, quedando las dispersiones con a lo sumo 5% de agua, con viscosidad a 20° de 100 a 250 centipoises y reacción neutra hasta débilmente
15. ácida cuando se diluyen en agua.
- 20.

2. Procedimiento según la reivindicación anterior caracterizado por contener en calidad de medio de dispersión alcoholes polivalentes líquidos a la temperatura ordinaria, sus éteres o poliésteres solubles en agua, alcoholes biva-



lentes o trivalentes o sus ésteres de peso molecular bajo, amidas, lactamas, lactonas o nitrilos (eventualmente provistos de grupos oxi) líquidos y solubles en agua, éster de ácido carboxílico, sulfolano, dimetil-sulfóxido, 5. tetrahidrofurano o dioxano etilenglicol.

3. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores caracterizado porque el medio de dispersión hierve por encima de 80°C y preferentemente por encima de 100°C.

10. 4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el colorante básico pertenece a la serie monoazoica, diazoica, poliazoica, trifenilmetánica o antraquinónica.

15. 5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 4, caracterizado porque el colorante básico se contiene en la dispersión en proporción de 10 a 80% en peso o, preferentemente, de 10 a 50% en peso.

6. Procedimiento según las reivindicaciones 1, 4 y 5 caracterizado por contener el colorante en un tamaño medio de partículas de 0,1 a 20 micras.

20. 7. Procedimiento para la preparación de dispersiones de colorantes.

Según se describe y reivindica en la presente



memoria descriptiva que consta de 19 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 28 Febrero 1969

JAI ME ISERN

P. P.

RECORDED JOSE RODRIGUEZ