

CASE 1-7736



406519

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE DISPERSIONES
FLUIDAS Y ESTABLES DE COLORANTES ANIÓNICOS", a favor de
la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza).

= . = Int. Cl.² C09B//D06P

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. Este invento se refiere a nuevas dispersiones
fluidas y estables de colorantes aniónicos, a un
procedimiento para su preparación y a su empleo para
teñir y estampar material orgánico, particularmente
material fibroso de poliamida natural y de poliamida
sintética.

10. La mayoría de los colorantes textiles apa-
recen en el comercio en forma de polvos finamente moli-
dos, de pulverulencia más o menos grande. El trabajo
con tales polvos de colorante, que levantan polvillo,
conduce a una molesta impurificación de los alrededores
y del personal ocupado en su manejo y exige en



- consecuencia el empleo de dispositivos de protección adecuados, como, por ejemplo, instalaciones de ventilación. La impurificación del aire por las partículas de colorante puede además ocasionar el manchamiento de
5. otros materiales contaminables y hacer así inútiles, por ejemplo, géneros textiles incoloros o teñidos de un solo color. Por otra parte, los colorantes molidos muy finamente que se almacenan en atmósfera húmeda tienden con facilidad a formar grumos.
10. Desde hace tiempo se han dado a conocer procedimientos que tienen la finalidad de evitar la formación de polvillo de los polvos colorantes. En la práctica se recomienda con la mayor frecuencia la mixturación de los polvos de colorante con aceites mojantes
15. o grandes cantidades de líquidos higroscópicos, como la glicerina. Pero estos métodos son insatisfactorios porque, sobre todo con polvos de mucho polvillo, reducen ciertamente éste, pero no lo eliminan en absoluto y no impiden la formación de grumos.
20. Lo mismo cabe decir de la simple humectación del polvo de colorante con agua. Tampoco la humectación del polvo, utilizada recientemente, con una combinación de un alcohol alifático polivalente de propiedades higroscópicas y agua proporciona resultados satisfactorios.
25. La humectación del polvo de colorante con aceites sulfonados y condensación consecutiva mediante desaireación constituye un método complicado y exige instalaciones especiales, dado que la condensación ulterior se realiza en vacío. Por último, la aglomeración,



406519

igualmente conocida, de las partículas de polvo mediante humectación con vapor de agua en una zona de turbulencia lleva solamente a una reducción del polvillo, pero no lo impide.

5. De otro lado, los colorantes aniónicos pulverulentos tienden, al añadirles agua o al incorporarlos al agua, a la formación de grumos a causa de humectarse con dificultad. Ello dificulta la preparación de baños tintóreos y suele causar mucha pérdida de tiempo.
10. Asimismo se ha recomendado ya la preparación de dispersiones acuosas de pigmentos insolubles en agua o colorantes de dispersión difícilmente solubles en agua. No obstante, la finalidad de esta medida no es solamente evitar el polvillo de los colorantes en cuestión, sino exonerar con ella al tintorero de la preparación de las dispersiones, que es crítica en estos procedimientos tintóreos.
15. En cambio, por lo que atañe a la preparación de dispersiones acuosas estables de colorantes aniónicos, como son en particular los colorantes complejos 2:1 de metal y sobre todo de cromo o los colorantes ácidos para lana, se había creído hasta ahora que a causa de la solubilidad de los colorantes en el agua se producía una recristalización de las dispersiones, lo que tenía por consecuencia que estas dispersiones no fueran estables. En la patente suiza 498.242 se dice al respecto, entre otras cosas: "... y principalmente con los colorantes que tienen todavía escasa solubilidad en el agua resulta extraordinariamente difícil alcanzar
- 20.
- 25.

406519



1972

5. un grado de finura determinado, necesario especialmente para la tinción en continua, puesto que ya durante la molturación de la pasta a base de agua, colorante y dispersante puede producirse recristalización, la cual actúa en contra de la necesaria dispersación."

10. Para evitar estos inconvenientes se propuso por ejemplo, según la patente belga 699.733, reprimir la solubilidad del colorante, mediante la adición de sales solubles en agua, hasta tal punto que se impidiera su recristalización. Pero así se merma la estabilidad químicocoloidal de la dispersión y se obtienen dispersiones floculantes, inestables.

15. Ahora se ha descubierto sorprendentemente y en contra del prejuicio expuesto antes que con empleo de dispersantes anionactivos y eventualmente otros agentes auxiliares pueden prepararse dispersiones acuosas, perfectamente estables y flúidas, de colorantes aniónicos con un tamaño granular de 5 micras a lo sumo. Las dispersiones acuosas conformes a este invento no muestran, durante períodos de almacenamiento de varios meses, ninguna sedimentación ni aumento de la viscosidad.

20. Las dispersiones flúidas y estables conformes a este invento se caracterizan por un contenido de:

25. a) colorante aniónico disperso, de un tamaño granular de 5 micras a lo sumo,

b) un dispersante anionactivo, a lo menos, y eventualmente humectantes,

c) eventualmente otros agentes auxiliares, como

406519



agentes retentores de la humedad, antisedimentadores y/o bactericidas, y

d) agua.

- Por colorantes aniónicos deben entenderse aquí aquellos cuya solubilidad en agua a 20° C es del 0,5 % (o sea 5 g/litro) a lo menos. Por solubilidad no se asume aquí la solubilidad física genuina, sino un valor de filtro usual en el campo de la Tintorería. (Determinación de la solubilidad según Capponi: "La determinación de la solubilidad de los colorantes", en Textilveredlung 2, 1967, Nº 1, páginas 13 a 16).
- En concepto de tales colorantes aniónicos entran en cuenta tanto los colorantes aniónicos reactivos como los no reactivos. Pero sirven particularmente en este aspecto los colorantes complejos metálicos 1:1 o 1:2 de colorantes 0,o'-dihidroxi-, o-hidroxi-o'-carboxi- y o-hidroxi-o'-aminoazoicos, de los cuales tienen particular importancia los complejos 1:2 de metal, y especialmente de cromo, de colorantes o,o'-dihidroxi- y o-hidroxi-o'-carboxi-azoicos. Los colorantes aniónicos, eventualmente provistos de un grupo fibrorreactivo, pueden por lo demás pertenecer a las más diversas clases de colorantes, como los colorantes azoicos, antraquinónicos o ftalocianínicos.
- Preferentemente se trata de colorantes aniónicos metalizados, eventualmente provistos de un grupo fibrorreactivo, como los complejos 1:1 de níquel, cobalto, cobre o cromo y en particular 1:2 de cobalto o cromo de colorantes azoicos que contienen en cada
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.

406519



- posición orto respecto al puente azoico un grupo ligado en complejo, derivado de un grupo amínico, carboxílico o hidroxílico; en especial de los complejos 1:2 de cromo de colorantes O-carboxi-o'-hidroxi- u o,o'-di-hidroxi-azoicos de la serie naftalinazonaftalínica, bencenazonaftalínica, bencenazopirazólica o bencenazo-acetoacetoamídica, o de complejos metálicos, que eventualmente contienen un grupo sulfonamídico N-mono- o N,N-dialquil-substituído o un grupo alquilsulfonílico
5. de peso molecular bajo, lo mismo que de colorantes ácidos para lana.
- 10.

La proporción cuantitativa de colorante acorde con la definición en las dispersiones de este invento debe ser lo más alta posible e importa a lo menos un 10 % y preferentemente de 20 a 50 %. El límite superior está establecido por el punto en que los preparados están todavía flúidos.

15.

Las dispersiones conformes a este invento contienen además un dispersante anionactivo, a lo menos, pero de preferencia dos dispersantes anionactivos distintos o bien uno o dos dispersantes anionactivos y un humectante.

20.

En calidad de dispersantes anionactivos utilizables de acuerdo con este invento cabe citar, por ejemplo:

25.

- 1) Los sulfonatos de lignina, como el sulfonato sódico o potásico de lignina. La calidad de los sulfonatos de lignina empleados es esencial para el logro de dispersiones flúidas y estables. De



5. preferencia se emplean sus sales sódicas, que no contienen azúcares o sólo proporciones muy pequeñas de ellos y que con ventaja tienen un peso molecular entre 5000 y 50000. Es crítico además el grado de sulfonación de los productos, o sea el número de grupos sulfónicos por 1000 unidades de peso molecular. Los sulfonatos de lignina preferidos presentan un grado de sulfonación entre 0,5 y 5. Las propiedades de viscosidad de la dispersión acuosa de colorantes se determinan fundamentalmente en virtud de estos dos parámetros.
- 10.
15. 2) Las sales, designadas como jabones, sódicas, potásicas, amónicas, N-alquílicas, N-hidroxi-alquílicas, N-alcoxi-alquílicas o N-ciclohexil-amónicas, hidracínicas y morfolínicas de ácidos grasos con 10 a 20 átomos de carbono (como el ácido láurico, el ácido palmítico, el ácido esteárico o el ácido oleico).
20. 3) Los alcoholes sulfatados primarios o secundarios, puramente alifáticos, cuya cadena alquílica presenta de 8 a 16 átomos de carbono; por ejemplo, sulfato sódico de laurilo, sulfato sódico de alfa-metilestearilo, sulfato sódico de tridecilo,
25. sulfato sódico de alcílo, sulfato potásico de estearilo o las sales sódicas de los sulfatos de alcohol de grasa de coco,
- 4) Los ácidos grasos superiores insaturados y sulfatados o sus ésteres, como el ácido oleico, el

406519



5. ácido elaidico o el ácido ricinólico y respectivamente sus ésteres alquílicos inferiores (por ejemplo, éster etílico, propílico o b utílico) y los aceites que contienen tales ácidos grasos (como el aceite de oliva, el aceite de ricino, el aceite de colza, etc.).
- 5) Los aductos de óxido de etileno sulfatados, como los productos sulfatados de adición de 1 a 10 moles de óxido de etileno a amidas de ácido graso, mercaptanos o aminas, pero especialmente a ácidos grasos, alcoholes alifáticos o alquilfenoles con 8 a 20 átomos de carbono en la cadena alquílica (por ejemplo, a ácido esteárico, ácido oleico, alcohol láurico, alcohol mirístico, alcohol estearílico, alcohol oleílico, octilfenol o nonilfenol).
10. 6) Sulfatos de alcanolaminas N-aciladas; por ejemplo, las amidas sulfatadas de ácido caprílico, ácido pelargónico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico o ácido esteárico o de ácidos grasos inferiores substituídos por grupos de alquilfenoxilo (como ácido octil- o nonil-fenoxiacético) con mono- o bis-hidroxi-alquilaminas (como la beta-hidroxi-etilamina, la gamma-hidroxi-propilamina, la beta,gamma-dihidroxi-propilamina y la bis-(beta-hidroxi-etil)-amina) o con N-alquil-N-hidroxi-alquilaminas (como la N-metil- o la N-etil-N-(beta-hidroxi-etil)-amina.
15. 7) Compuestos polioxílicos esterificados y sulfata-
- 20.
- 25.

406519-3



5. dos; por ejemplo, alcoholes polivalentes sulfatados y parcialmente esterificados (como la sal sódica del monoglicérido sulfatado del ácido palmítico. En lugar de los sulfatos, pueden emplearse también ésteres con otros ácidos minerales polivalentes (por ejemplo, fosfatos).
- 8) Alquilsulfonatos primarios y secundarios cuya cadena alquílica contiene de 10 a 20 átomos de carbono; por ejemplo, sulfonato sódico de dodecilo, hexadecansulfonato-8 sódico y sulfonato sódico de estearilo).
10. 9) Sulfonatos de alquilarilo, como los sulfonatos de alquilbenceno con cadena alquílica, lineal o ramificada, de 7 átomos de carbono a lo menos (por ejemplo, sulfonato sódico de dodecilbenceno, sulfonato de 1,3,5,7-tetrametiloctilbenceno, sulfonato sódico de octadecilbenceno, etc.) o como los sulfonatos de alquilnaftalina (por ejemplo, 1-isopropil-naftalin-2-sulfonato sódico y sulfonato sódico de dibutilnaftalina).
15. 10) Sulfonatos de ésteres policarboxílicos; por ejemplo, sulfosuccinato sódico de dicetilo y sulfoftalato sódico de dihexilo.
20. 11) Los productos de condensación de ácido aril-sulfónico con formaldehído, como los metansulfonatos de dinaftilo (por ejemplo, la sal disódica del di-(6-sulfonaftil-2)-metano) o los productos de condensación de ácido naftalindi-sulfónico con formaldehído y cresol.
- 25.

406519



De acuerdo con este invento, los dispersantes anionactivos que se han citado pueden emplearse también en mezcla con dispersantes no ionógenos; por ejemplo, con

5. 1) Productos de adición de óxido de alquileo (y en particular óxido de etileno) a ácidos grasos superiores, amidas de ácido graso, alcoholes alifáticos o mercaptanos, a alquilfenoles o a alquiltiofenoles cuyos radicales alquílicos presenten a lo menos 7 átomos de carbono. Se prefieren los éteres mono-alquil-fenílicos de poliglicol con 2 a 20 unidades de glicol, eventualmente substituídas, cuyo grupo alquílico presenta de 8 a 12 átomos de carbono, como el éter mono-nonilfenílico de tri-(1,2-propilenglicol), el éter mono-octilfenílico de pentaetilenglicol o el éter mono-nonilfenílico de decaetilenglicol.
- 10.
- 15.
20. 2) Esteres de polialcoholes, en particular monoglicéridos de ácidos grasos con 12 a 18 átomos de carbono; por ejemplo, los monoglicéridos de ácido láurico, esteárico u oleico.
25. 3) Alcanolaminas N-aciladas del mismo tipo que se menciona en los sulfatos de estos compuestos; así, por ejemplo, las N,N-bis-(omega-hidroalquil)-amidas de las mezclas de ácidos comprendidas en el concepto colectivo de "ácidos grasos de aceite de coco", principalmente las N,N-bis-(beta-hidroxi-etil)- o N,N-bis(gamma-hidroxi-

406519



propil)-amidas, y además los productos de adición de óxido de etileno a estas alcanolaminas N-aciladas.

5. 4) Productos de reacción de ácidos grasos superiores con una alcanolamina en los que la relación molecular de alcanolamina a ácido graso es mayor que 1 (por ejemplo, 2). En concepto de ácidos grasos entran en cuenta sobre todo los de 8 a 18 átomos de carbono, como las mezclas designadas como ácidos grasos de aceite de coco; y en concepto de alcanolaminas, en particular la dietanolamina. Estas materias están descritas en la patente norteamericana 2.089.212. Estos compuestos no son homogéneos y tienen en parte carácter cationactivo.
- 10.
- 15.

Los dispersantes de dichas clases que son asequibles técnicamente no constituyen la mayoría de las veces productos homogéneos, sino mezclas de homólogos de dichos compuestos.

20. Se prefieren en especial los dispersantes anionactivos, como los sulfonatos sódicos de lignina y/o los productos de condensación de ácidos arilsulfónicos y formaldehído (como el metandisulfonato de dinaftilo), lo mismo que los sulfatos de alcoholes superiores o
25. los productos de adición de óxido de etileno a alcoholes alifáticos superiores o alquillfenoles y mezclas de ellos. Muy eficaces son las mezclas de disulfonato disódico de dinaftilmetano y sulfonato sódico de lignina.

406519



La proporción cuantitativa de dispersante anionactivo en las dispersiones de este invento se halla alrededor de 5 % en peso a lo menos, pero preferentemente de 10 a 80 % en peso, respecto al peso del colorante.

5.

En muchos casos es conveniente añadir todavía humectantes a las dispersiones de este invento. En calidad de humectantes (con ventaja en cantidades hasta el 5 % respecto al peso de la dispersión) son particularmente aptos: el sulfonato de dibutilnaftalina, el sulfosuccinato de dioctilo y la monoetanolamida de ácido deciloxiacético ($C_{10}H_{21}-O-CH_2-CO-NH-CH_2-CH_2OH$).

10.

Muy eficaces son las mezclas de sulfonato sódico de lignina y monoetanolamida de ácido deciloxiacético o de disulfonato disódico de dinaftilmetano y sulfosuccinato sódico de dioctilo.

15.

Como otros agentes auxiliares las dispersiones conformes a este invento pueden contener sobre todo agentes antisedimentadores, como alginatos, harina de pepitas de algarroba, alquilcelulosa (en particular, carboximetilcelulosa) o goma cristal; antiespumantes, como por ejemplo alcoholes grasos superiores, ésteres de ácido graso de peso molecular alto o aceites de silicona; o refinadores textiles, por ejemplo anties-táticos, como los compuestos amónicos cuaternarios o los productos de condensación de ácido graso; bacteri-cidas, como el pentaclorofenolato sódico; y retentores de la humedad, como la glicerina o el glicol.

20.

25.

Para impedir el desecamiento y asegurar la

406519



- estabilidad de almacenamiento durante meses es muy ventajoso que las dispersiones conformes a este invento contengan, como otros agentes auxiliares, retentores de la humedad en cantidad de 3 a 30 % en peso respecto al peso de la dispersión acuosa, antisedimentadores y/o bactericidas, tanto unos como otros en cantidad de 0,1 a 3 % en peso respecto al peso de la dispersión acuosa.
- 5.
- Las dispersiones conformes a este invento contienen con ventaja de 20 a 80, y en particular de 40 a 70, % en peso de agua respecto al peso de la dispersión acuosa.
- 10.
- Se las prepara convenientemente introduciendo por removimiento a lo menos un colorante aniónico (preferentemente en forma de una torta húmeda de prensa, o también en forma de polvo) en la solución o suspensión del dispersante anionactivo, el eventual humectante y otros agentes auxiliares eventuales en agua, a la temperatura del ambiente o a temperatura elevada (de preferencia no superior a 50° C), con empleo de los dispositivos de mixturación y dispersión usuales en la técnica, como agitadores, homogeneizadores o aparatos de amasar (por ejemplo, agitadores rápidos, turbomezcladoras o amasadoras, pero principalmente molinos de atrición y otros molinos rápidos de arena o de bolas). Estos dispositivos tienen la misión de desmenuzar los aglomerados de colorante y los cristales. El tamaño de partículas de los colorantes aniónicos utilizados debe así reducirse hasta el
- 15.
- 20.
- 25.

406519



- punto de que las partículas se ciernan en virtud del movimiento molecular de Brown. En el mismo sentido actúa también el límite de fluencia, que es establecido por los aditivos presentes. En muchos casos resulta ventajoso que la cantidad principal del dispersante se introduzca por removimiento solamente después de la homogeneización de los demás componentes. La operación de mezcla está determinada tan pronto como se alcanza la homogeneización completa, lo cual ocurre ordinariamente al cabo de 4 a 6 horas.
- 5.
- 10.

El tamaño granular de los colorantes de la dispersión tan finamente molida no debe ser mayor de 5 micras. De preferencia se halla por debajo de las 3 micras, y en particular por debajo de 1 micra.

- 15.
- 20.

Las dispersiones estables, flúidas y almacenables de este invento pueden guardarse durante varios meses, aún a temperaturas de 40° C, sin que muestren ninguna sedimentación. Son ampliamente insensibles sobre todo a las variaciones de temperatura y el colorante no disuelto que está distribuído en ellas no se precipita o se deja distribuir de nuevo homogéneamente, con facilidad, por simple removimiento o sacudimiento; por otra parte, tampoco muestra tendencia a la formación de cristales.

- 25.

Las dispersiones conformes a este invento constituyen preparados tintóreos listos para el uso. Según el tipo de colorante incluído, pueden diluirse con agua fría o caliente (con ventaja, en la relación de 1:10 a lo menos) o también emplearse sin diluir,



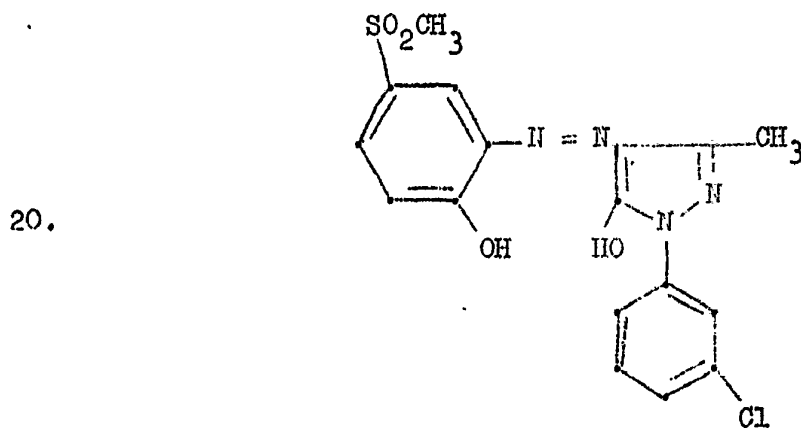
406519

5. como líquido para teñir o estampar materiales orgánicos, particularmente material de fibra de poliamida natural (como la lana) o de poliamida sintética. Por agitación de los preparados en agua fría o caliente y adición de espesantes apropiados, se obtienen baños tintóreos o pastas de estampar estables, que se prestan admirablemente para la utilización en los procedimientos de tinción o estampación continuos.

10. Los ejemplos que siguen ilustran el invento, sin limitarlo.

Ejemplo 1

15. A una solución constituida por 335 g de agua, 28 g de sulfonato sódico de lignina y 28 g de disulfonato de dinaftilmotano se añaden agitando 279 g de un polvo colorante de la fórmula



25. complejo 1:2 de Cr

y se homogeneiza bien la suspensión. Valiéndose de un molino de arcna o de perlas de vidrio se muele la mezcla, dispersándola, hasta que el tamaño de las partículas del colorante es inferior a 3 micras. La parte

406519



principal del colorante, o sea más del 80 % de él, tiene entonces un tamaño de partículas inferior a 1 micra. A esta dispersión acuosa fluida se agregan a continuación 47g de glicerina, 3 g de pentaclorofenolato sódico, 10 g de carboximetilcelulosa, 6 g de sulfonato de dibutilnaftalina y 386 h de agua y se homogeneiza bien la dispersión.

5. La dispersión de colorante preparada de este modo es fluida, almacenable y aún después de varios meses de almacenamiento no muestra sedimentación. Es utilizable directamente y puede emplearse, sin dilución intermedia, directamente para la preparación de baños tintóreos. Presenta alta filtrabilidad, de 100 g/litro, determinada por el método de Capponi, Textilveredlung 2, 1967, nº 1, páginas 13 a 16, y después de diluida se presta a los procedimientos usuales de tinción para la lana y la poliamida, o sea también para la estampación, y puede utilizarse asimismo en la tinción del cuero. En la tinción de bobinas cruzadas no se produce ninguna desfiltración ni ensuciamiento del aparato.
- 10.
- 15.
- 20.

La viscosidad de la dispersión es de :

$$\eta_c = 1,26 \text{ poises (comportamiento en fluencia de Casson)}$$

25. $f_c = 14,2 \text{ dinas/cm}^2 \text{ (límite de fluencia)}$

y después de 6 meses de almacenamiento a la temperatura del ambiente:

$$\eta_c = 1,22 \text{ poises}$$

$$f_c = 14,2 \text{ dinas/cm}^2.$$

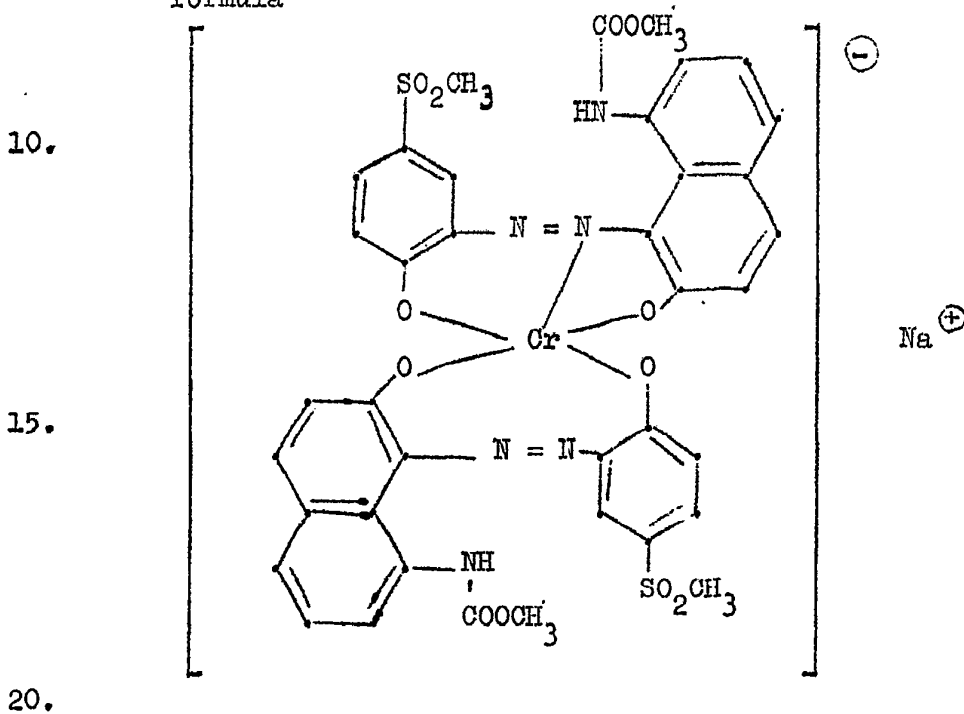


406519

Al cabo de este tiempo no se observa tampoco ningún sedimento.

Ejemplo 2

5. A una solución de 31 g de sulfonato de lignina y 31 g de disulfonato de dinaftilmetano en 371 g de agua se añaden agitando 309 g de un colorante de la fórmula



25. y se homogeneiza bien la suspensión. Valiéndose de un molino rápido de arena o de perlas de vidrio se muele hasta que todas las partículas del colorante presentan un tamaño de inferior a 3 micras y la mayor parte de ellas es inferior a 1 micra. A esta dispersión fluida se mezclan 51,5 g de glicerina, 6 g de sulfonato de dibutilnaftalina, 3 g de pentaclorofenolato sódico y 320 g de agua. Después de homogeneizar bien la mezcla,



406519

se obtiene una dispersión estable y fluída. La viscosidad de ésta no muestra, aún después de 6 meses de almacenamiento a la temperatura del ambiente, ninguna alteración perceptible en el comportamiento de la fluencia.

5.

La viscosidad es de:

η_c = viscosidad según Casson = 8,85 centipoises

ζ_c = límite de fluencia = 3,34 dinas/cm²

y al cabo de 5 meses de almacenamiento a la temperatura del ambiente:

10.

η_c = viscosidad según Casson = 10,32 centipoises

ζ_c = límite de fluencia = 3,03 dinas/cm².

Al cabo de este tiempo no se observa tampoco ningún sedimento.

15.

Se obtiene una dispersión estable y fluída de propiedades semejantes si se suspenden por removimiento 309 g del colorante de la fórmula indicada antes en 371 g de agua en la que se han disuelto previamente 62 g de sulfonato sódico de lignina. Se homogeneiza bien esta suspensión realizando una dispersión previa por medio de un agitador rápido, y a continuación se procede a la dispersión propiamente dicha en un molino rápido de arena o de perlas de vidrio, hasta que las partículas del colorante presentan un tamaño

20.

inferior a 3 micras y la parte principal de las partículas es inferior a 1 micra. A esta dispersión fluída y finamente dispersa se mezclan 51,5 g de glicorina, 3 g de pentaclorofenolato sódico y 320 g de agua, se homogeneiza bien otra vez la dispersión y se la pasa

25.

406519

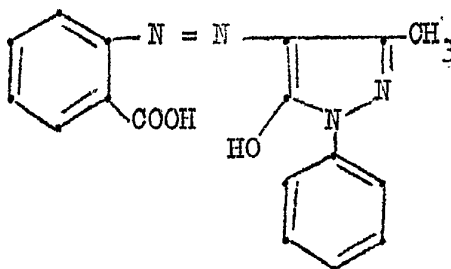


luego por un tamiz de nilón de 20 micras.

Ejemplo 3

Si se procede como en el Ejemplo 1, pero empleando 200 g del colorante de la fórmula

5.



10.

complejo 1:2 de Cr

200 g de agua, 20 g de sulfonato sódico de lignina, 20 g de disulfonato de dinaftilmetano, 40 g de glicerina, 3 g de sulfonato de dibutilnaftalina, 2 g de pentaclorofenolato sódico y 115 g de agua, se obtiene una dispersión estable y fluida, de propiedades igualmente buenas.

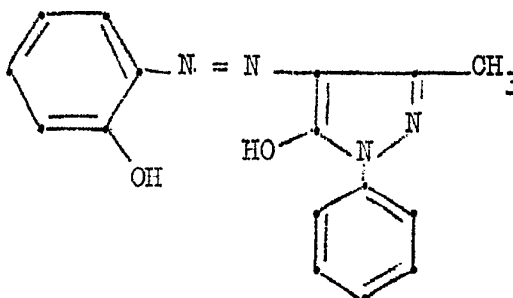
15.

20.

Ejemplo 4

Si se procede como en el Ejemplo 2, pero empleando 430 g del colorante de la fórmula

25.



complejo 1:2 de Cr

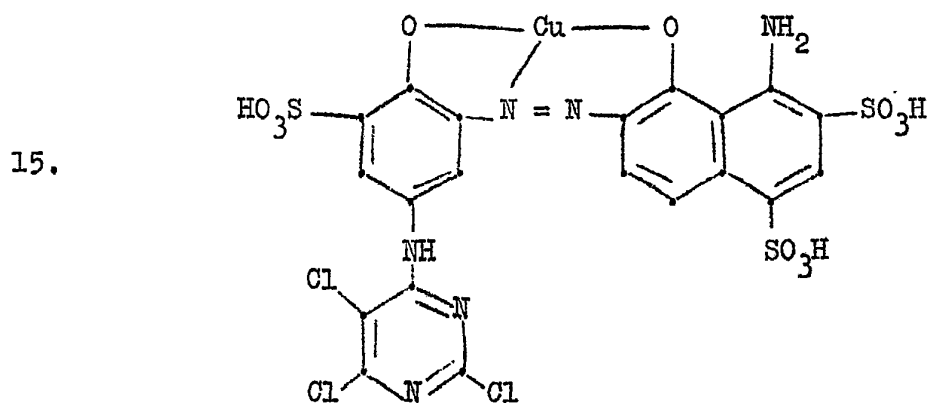
406519



43 g de sulfonato sódico de lignina, 43 g de disulfonato de dinaftilmetano, 86 g de glicerina, 12 g de sulfonato de dibutilnaftalina, 6 g de pentaclorofenolato sódico y 1380 g de agua, se obtiene una dispersión flúida y estable de colorante, de propiedades igualmente buenas.

Ejemplo 5

Agitando, se disuelven en 358,8 de agua 133,3 g de sulfonato sódico de lignina, se deslían en la suspensión 333,3 g del colorante azul de la fórmula



y se homogeneiza la mezcla. Luego se muele por medio de un molino de perlas de vidrio la papilla originada, hasta que el tamaño de las partículas del colorante se halla por debajo de 3 micras. A continuación se introducen, agitando, 66,6 g de glicorina, 5 g de sulfonato de dibutilnaftalina y 3 g de pentaclorofenolato sódico.

25. Se obtienen 900 g de una dispersión flúida, estable, finamente dispersa y no sedimentante, que después de doluída sirvo para teñir las fibras de ce-

406519

-ASE-



lulosa por el procedimiento de fulardeo y por el procedimiento de extracción.

Se obtienen dispersiones estables y fluidas de propiedades semejantes si, en lugar de los componentes enunciados en el Ejemplo 1, se emplean los componentes reseñados en la tabla que sigue y en lo demás se procede igual que en el Ejemplo 1.

5.

Se obtienen dispersiones estables y fluidas de propiedades semejantes si, en lugar de los componentes enunciados en el Ejemplo 1, se emplean los componentes reseñados en la tabla que sigue y en lo demás se procede igual que en el Ejemplo 1.

TABLA

10.

Ejemplo	
6	<p>Colorante 204 g</p> <p>Dispersante 81 g de sulfonato sódico de lignina</p> <p>Humectante 2 g de monoctanolamida de ácido decilo- xiacético</p> <p>Bactericida 3 g de pentaclorofenolato sódico</p> <p>Glicerina 41 g</p> <p>Agua 669 g</p>
7	<p>Colorante 312 g</p> <p></p>

15.

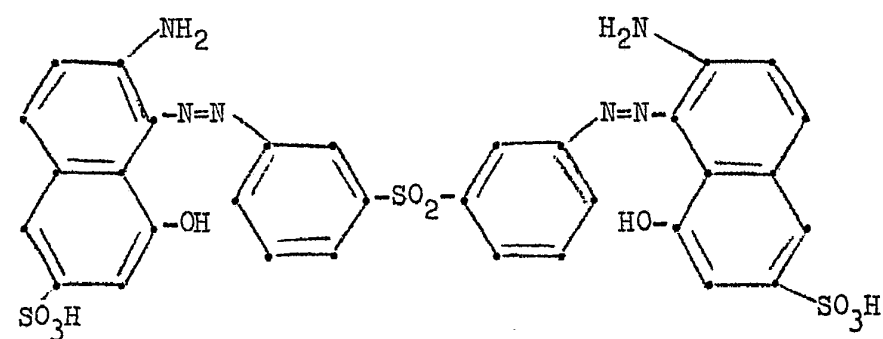
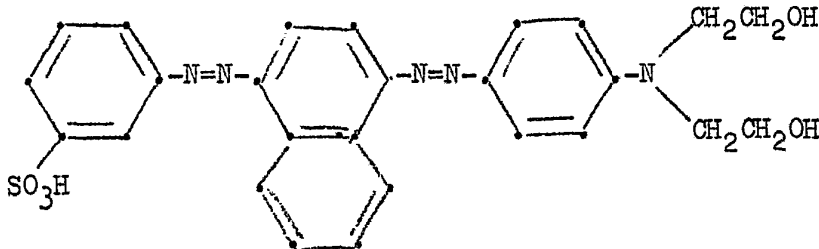
20.

25.

406519



Tabla (continuación)

Ej.		
7	Dispersante Humectante Bactericida Glicerina Agua	125 g de sulfonato sódico de lignina ----- 3 g de pentaclorofenolato sódico 62 g 498 g
8	Colorante : Dispersante Humectante Bactericida Glicerina Agua	357 g  143 g de disulfonato de dinaftilmetano 4 g de sulfosuccinato sódico de dioctilo 3 g de pentaclorofenolato sódico 71 g 422 g
9	Colorante Dispersante Humectante Bactericida Glicerina Agua	250 g  100 g de disulfonato de dinaftilmetano ----- 3 g de pentaclorofenolato sódico 50 g 597 g

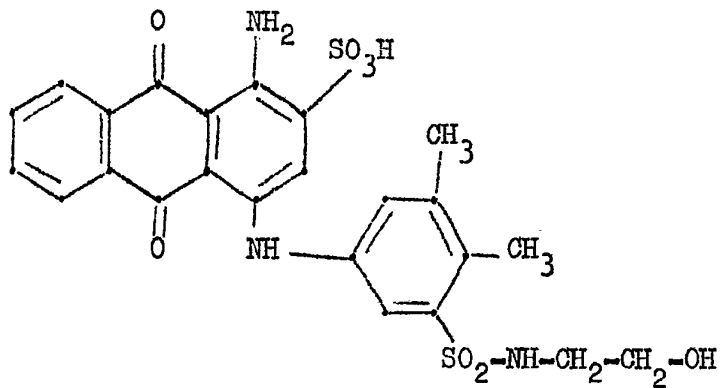
408519



Ejemplo 10

Se disuelven en 350 g de agua, agitando, 66,8 g de ácido dinaftilmetandisulfónico y 66,8 g de sulfonato sódico de lignina y a continuación se des-
5. líen en la solución 232,7 g del colorante azul de la fórmula

10.



15.

y se homogeneiza. Luego se muele la dispersión por medio de un molino de perlas de vidrio hasta que el tamaño de las partículas del colorante disperso es inferior a 3 micras y se añaden, agitando, 26,5 g de glicerina, 5 g de sulfonato de dibutilnaftalina, 3 g de
20. pentaclorofenolato sódico y 249,1 g de agua.

Se obtienen 1000 g de una dispersión fluida, estable, finamente dispersa y no sedimentante, que se presta para la tinción de poliamida por los procedimientos tintóreos usuales.

25.

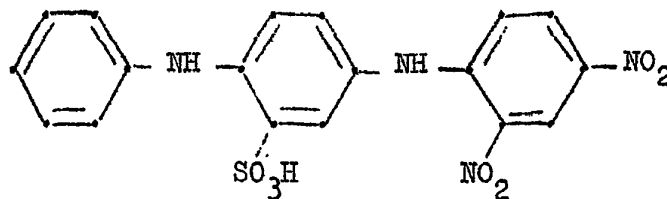
Ejemplo 11

Se suspenden 100 g del colorante seco de la fórmula

406519



5.



10.

en 80 g de agua en la que se han disuelto previamente 20 g de sulfonato sódico de lignina (sin azúcar; fraccionado). Después de homogeneizar bien esta suspensión para efectuar una dispersión previa, o sea llevarla a un tamaño máximo de partículas de unas 20 micras, se procede a la dispersación propiamente dicha en un molino de arena o de perlas de vidrio. Tan pronto como todas las partículas del colorante tienen un tamaño inferior a 3 micras, la dispersación queda terminada. La papilla

15.

flúida se trata con 29 g de agua, 20 g de glicerina, y 0,75 g de pentaclorofenolato sódico, se mezcla bien, se homogeneiza y se trasvasa pasándola por un tamiz de 20 micras.

20.

Ejemplo 12

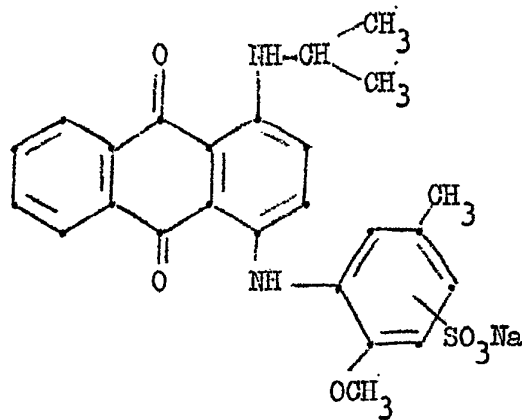
Después de añadir 34,8 g de disulfonato de dinaftilmetano y 34,8 g de sulfonato sódico de lignina se licuan mediante agitación y se homogeneizan 630 g de torta de filtra que contienen 139 g del colorante de la fórmula

25.





5.



10.

Se muele esta lechada en un molino rápido de arena o de perlas de vidrio, hasta que el tamaño máximo de las partículas es de 3 micras y se agregan a esta dispersión, agitando:

15.

- 27,8 g de glicol
- 6,0 g de sulfonato de dibutilnaftalina
- 3,0 g de pentaclorofenolato sódico y
- 270,0 g de agua.

20.

Después de homogeneizar bien, se filtra. Se obtienen 1000 g de una dispersión de colorante fluida, finamente dispersa, no sedimentante y estable en almacenamiento, que después de diluida sirve para teñir lana/poliamida por los procedimientos usuales de tinción. Su viscosidad y su comportamiento de fluencia muestran, después de almacenamiento prolongado a la

25.

temperatura del ambiente, tan sólo una pequeñísima alteración:

Después de la preparación:

$\kappa c = 5,4$ centipoises (comportamiento de fluencia según Casson)



-958

$$f_c = 37,9 \text{ dinas/cm}^2 \text{ (límite de fluencia).}$$

Después de 5 meses de almacenamiento a 20° C:

$$\eta_c = 4,9 \text{ centipoises}$$

$$f_c = 32,5 \text{ dinas/cm}^2.$$

5.

Este preparado puede diluirse muy bien con agua fría, de manera que no se necesitan agitadores especiales de ninguna clase para preparar un baño tintóreo.

Ejemplo 13

10.

Sin disolución previa especial, se añaden 1 cc de ácido acético al 80 % y 2 g de la dispersión fluída de colorante obtenida según el Ejemplo 1 a 400 cc de agua a 40° C. En este baño tintóreo se introducen 100 g de lana, se calienta en el curso de 30 minutos hasta ebullición y se tiñe a esta temperatura (98° C) durante 60 minutos. A continuación se aclara bien con agua el género teñido y se le seca. Se obtiene una tintura de lana anaranjada, de muy buenas propiedades de solidez a la luz y a la mojadura.

15.

20.

Ejemplo 14

Sin disolución previa especial, se añaden a 4000 cc de agua 4 g del preparado tintóreo líquido obtenido según el Ejemplo 7, 1 cc de ácido acético al 80 % y 2 cc de un aceite de ricino muy sulfonado. Se introducen en el baño tintóreo, calentado a 30° C, 100 g de poliamida-6.6, se lleva el baño en 30 minutos hasta la temperatura de ebullición y se tiñe durante 45 minutos a esta temperatura. A continuación se aclara

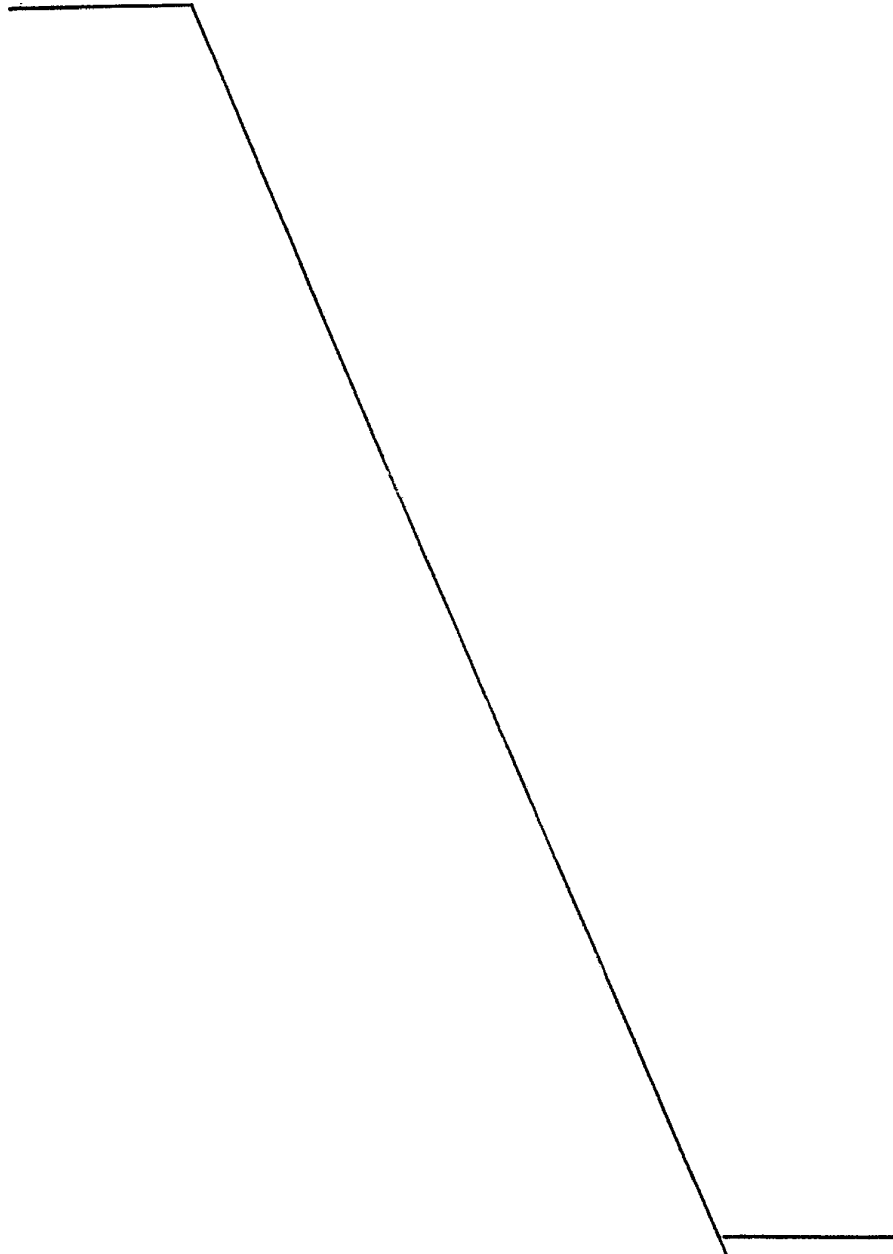
25.

.. 27 .. 4 6 5 1 9



con agua el género teñido y se lo seca. Se obtiene una tintura verdiazul de poliamida, de muy buenas propiedades de solidez a la luz y a la mojadura.

= , =





REIVINDICACIONES

5.

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 13314/71 del 10 de Septiembre de 1971.

10.

1.- Dispersiones fluidas y estables de colorantes aniónicos, caracterizadas por un contenido de:

- a) colorante aniónico disperso, de un tamaño granular de 5 micras a lo sumo.
- b) un dispersante anionactivo, a lo menos, y eventualmente humectantes,
- c) eventualmente, otros agentes auxiliares y
- d) agua.

15.

2.- Dispersiones estables, según la reivindicación 1, caracterizadas por contener colorantes aniónicos metalizados, que eventualmente contienen un grupo fibrorreactivo.

20.

3.- Dispersiones estables, según la reivindicación 2, caracterizadas por contener complejos 1:1 de níquel, cobalto, cobre o cromo, y particularmente 1:2 de cobalto o cromo, de colorantes azoicos que presentan en cada posición orto respecto al puente azoico un grupo ligado en complejo, derivado de un grupo amínico, carboxílico o hidroxílico.

25.

4.- Dispersiones estables, según la reivindicación 3, caracterizadas por contener complejos 1:2 crómicos de colorantes o-carboxi-o'-hidroxi- u o,o'-di-hidroxi-azoicos de la serie naftalinazonaftalínica,

Rg



bencenazonaftalínica, bencenazopirazólica o bencenazo-
acetoacetamídica.

5. 5.- Dispersiones estables, según la reivindicación 4, caracterizadas en que los colorantes complejos metálicos contienen un grupo sulfonamídico, eventualmente N-mono- o N,N-di-alquilsustituido, o un grupo alquilsulfonílico de peso molecular bajo.

10. 6.- Dispersiones estables, según la reivindicación 1, caracterizadas por contener un colorante ácido para lana.

7.- Dispersiones estables, según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizadas por contener 10 % en peso a lo menos, y preferentemente 20 a 50 % en peso, de un colorante aniónico.

15. 8.- Dispersiones estables, según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizadas por contener dos dispersantes anionactivos diferentes.

20. 9.- Dispersiones estables, según la reivindicación 8, caracterizadas por contener, en calidad de dispersante anionactivo, una mezcla de sulfonato sódico de lignina y disulfonato disódico de dinaftilmotano.

25. 10.- Dispersiones estables, según la reivindicación 1, caracterizadas por contener una mezcla de sulfonato sódico de lignina y monoetanolamida de ácido dodeciloxiacético o de disulfonato disódico de dinaftilmotano y sulfosuccinato sódico de dioctilo.

11.- Dispersiones estables, según las reivindicaciones 1 y 8 a 10, caracterizadas por contener 5 % en peso a lo menos, y preferentemente 10 a 80 % en

Re

406519



peso, respecto al peso del colorante, de un dispersante anionactivo, a lo menos, y 0 a 5 % en peso, respecto al peso de la dispersión estable, de un humectante.

5. 12.- Dispersiones estables, según la reivindicación 1, caracterizadas por contener, en concepto de otros agentes auxiliares, agentes retentores de la humedad, antisedimentadores y/o bactericidas.

10. 13.- Procedimiento para la preparación de dispersiones fluidas y estables de colorantes aniónicos. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 30 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 9 de Septiembre de 1972.

p.a. JAIME ISERN

p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO

fm.