

Case 1-7795/MA 1487

Int. Cl. <sup>2</sup> : D06L

407165

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

por "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR SUSPENSIONES DE ACLARADORES OPTICOS DEL GRUPO DE LOS TIAZOLIL-ESTILBENOS", a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para la preparaci3n de suspensiones (slurries) de aclaradores 3pticos del grupo de los triazolil-estilbenos, lo mismo que a estas suspensiones.

- 5. Los aclaradores 3pticos de la serie triazolilestilb3nica se suelen emplear en forma de un polvo seco, que se prepara a partir de la torta h3meda de filtro que, despu3s de haber sido trasladada a cubetas, se ha secado previamente en hornos durante varias horas.
- 10. A causa de las dificultades de manipulaci3n del polvo seco y del peligro de levantar polvillo, resultaría ventajoso emplear el aclarador en forma de una suspen-

407 165

30 SET



- sión acuosa. Se han realizado intentos para suspender el polvo seco, y también la torta húmeda del filtro, por mixturación con agua; pero estos intentos no han dado resultado porque la suspensión que se obtiene no es homogénea, tiende a sedimentarse rápidamente y se afectan desfavorablemente las propiedades de aclaración y el comportamiento tintóreo en agua fría. Por otra parte, la suspensión de un polvo seco presenta grandes dificultades.
- 5.
10. Ahora se ha descubierto sorprendentemente que pueden prepararse suspensiones tixotrópicas homogéneas de tales aclaradores, si se mezcla con un dispersante su torta de filtro húmeda. Las suspensiones de este tipo apenas si se sedimentan durante el almacenamiento estático, porque constituyen una forma gelosa y en virtud de ello no se produce ninguna sedimentación perceptible durante un almacenamiento estático prolongado, por ejemplo durante 12 semanas. Además del buen comportamiento en la sedimentación, estas suspensiones poseen propiedades de viscosidad que permiten manipularlas con mucha mayor facilidad de la que es posible con una forma en polvo. Se las puede sacar de los depósitos aprovechando la fuerza de gravedad o por medio de bombas, lo que evita el riesgo de levantar polvillo que se presenta con la forma en polvo.
- 15.
- 20.
- 25.
- Por otra parte, no se produce ningún empeoramiento de las propiedades de aclaración ni de las propiedades tintóreas en agua fría cuando se incorporan estos materiales a un detergente secado por aspersion.

407 165

= 3 =

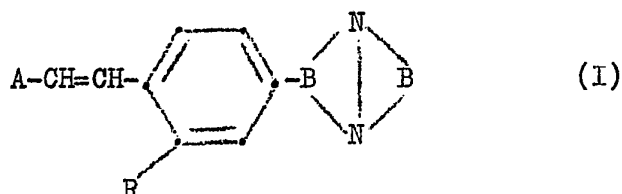


Por suspensión tixotrópica debe entenderse una suspensión en la que:

5. 1) su viscosidad, medida con fuerza constante de cizallamiento en un viscosímetro Brookfield, decrece hasta alcanzar el equilibrio, al que se llega al cabo de un minuto aproximadamente, y después de este tiempo la viscosidad se mantiene constante; y
10. 2) la viscosidad decrece a medida que aumenta la fuerza de cizallamiento.

Esta solicitud se refiere por tanto a un procedimiento para preparar suspensiones que, respecto al peso total de la suspensión, contienen de 10 a 40% en peso de un compuesto de la fórmula

15.



20. en la que

- A significa un radical carboxílico aromático provisto a lo sumo de 2 anillos y que puede estar substituido por halógeno, alcóxido, sulfuro o carboxilo;
25. B significa un radical bencénico o naftalínico ligado a los átomos de nitrógeno con 2 átomos de carbono vecinos y eventualmente substituido con hidrógeno, alquilo, sulfuro o carboxilo; y

407 165

= 4 =



- R significa sulfo, ciano o hidrógeno, caracterizado en que la torta de filtro húmeda obtenida en la preparación del compuesto se mezcla con una cantidad tal de un dispersante que la suspensión resultante sea tixotrópica, tenga tendencia reducida a sedimentarse con el almacenamiento estático y presente en el estado de equilibrio una viscosidad Brookfield de 2000 a 10000 centipoises a 6 revoluciones por minuto (rpm), de 1000 a 3500 centipoises a 12 revoluciones por minuto y hasta 2000 centipoises a 60 revoluciones por minuto.
- 5.
- 10.

La torta del filtro húmeda puede contener de 20 a 80% de materia seca. En general, sin embargo, el contenido de materia seca importa de 35 a 55%.

- En la fórmula (I), el símbolo A representa de preferencia un radical bencénico, eventualmente substituído en posición beta por el grupo sulfónico (sal sódica).
- 15.

- Cuando la concentración del compuesto de la fórmula (I) existente en la suspensión es demasiado alta, la suspensión puede alterarse en el sentido de una tixotropía invertida, lo cual conduce a dificultades en el bombeo de la suspensión. Esta dilatancia puede eliminarse diluyendo la suspensión con agua o con un electrolito acuoso. Pero si la concentración es demasiado baja, se produce mala estabilidad de la sedimentación.
- 20.
- 25.

El contenido deseado de compuesto de la fórmula (I) en la suspensión puede ajustarse por medio de la adición de agua, de electrolito acuoso, de suspen-

407 165



sión o de más polvo seco a la torta húmeda del filtro. Este ajuste puede realizarse antes de la adición del dispersante, durante ella o después de ella.

5. Luego se mezcla la suspensión con el dispersante hasta que aquella está homogénea. La mixturación puede efectuarse, por ejemplo, valiéndose de un dispositivo homogeneizador.

10. En las condiciones del almacenamiento estático, las suspensiones tixotrópicas constituyen formas gelosas, que pueden volver a licuarse con facilidad mediante agitación. Esto reduce la viscosidad, por lo que resulta posible retirar de los depósitos la suspensión mediante bombeo o dejándola fluir.

15. El dispersante puede ser un agente tensioactivo aniónico, catiónico o no iónico. Ejemplos de dispersantes apropiados son los siguientes: la sal sódica del producto de condensación de ácido naftalinsulfónico y formaldehído; la sal sódica del ácido dibutilnaftalinsulfónico; el producto de condensación de cera caprífica y óxido de etileno; una mezcla de ciclohexanol y amida de ácido esteárico; la sal sódica de un aceite sulfonado; el aminoóxido de bis-(2-hidroxietyl)-sebo; el éster de ácido monosebácico o de ácido resinico de polioxietilenglicoles; el ácido N-coco-beta-amino-butírico anfótero; un polimerizado de óxidos mixtos de propileno-etileno; una cera orgánica, cristalina y soluble en agua, o la semisal sódica; y condensados de éter polioxietilénico no iónicos y de cadena larga.
- 20.
- 25.

La cantidad de dispersantes que se añade a

407 165



- la torta de filtro húmeda importa de conveniencia de 0,1 a 5% en peso respecto al peso de la torta de filtro húmeda. De preferencia, la proporción de dispersante se halla en el intervalo de 0,5 a 2% en peso
5. respecto al peso de la torta húmeda.
- Si se quiere, puede añadirse también a la suspensión un agente gelificante. Ejemplos de agentes gelificantes son los polimerizados de carboxivinilo, el silicato de magnesio muy elaborado, la montmorillonita de magnesio o el ácido silícico puro, finamente dividido. La cantidad de gelificante que se le añade puede variar, pero normalmente se halla en el intervalo de 0,1 a 2% en peso respecto al peso de la torta de filtro húmeda y preferentemente en un intervalo de 0,1 a
10. 1% en peso.
- Si se quiere, puede añadirse a la suspensión un electrolito. El electrolito puede ser cloruro sódico, sulfato sódico, carbonato sódico o una de las sales potásicas respectivas. La cantidad de electrolito puede importar de 4 a 25% en peso respecto al peso total de la suspensión, y preferentemente de 5 a 20% en peso.
- 20.
- Por otra parte, las propiedades tintóreas en agua fría pueden ser mejoradas sometiendo la suspensión a un tratamiento molturador. Las propiedades tintóreas en agua fría dependen de la superficie específica de las partículas, y el tamaño de las partículas puede regularse por medio de un tratamiento molturador durante la preparación del compuesto.
- 25.

407 165

= 7 =



La viscosidad de la suspensión depende de la concentración y de la superficie específica de las partículas. A 6 revoluciones por minuto, La viscosidad Brookfield es preferentemente de 2000 a 5000 centipoises.

5.

La suspensión homogénea así preparada puede, si se quiere, diluirse o concentrarse según las necesidades.

La preparación según este invento de una suspensión acuosa tiene, sobre la preparación de un polvo seco, la ventaja de que los compuestos de la fórmula (I) se ponen en una forma de empleo que es apta para la utilización inmediata, lo que evita pasos de proceso que de otro modo son necesarios. Al mismo tiempo se logra menor pérdida de producto. Las suspensiones conformes a este invento pueden guardarse durante varias semanas por ejemplo, (12 semanas o más) sin sedimentación perceptible durante el almacenamiento y sin que las propiedades empeoren.

10.  
15.  
20.

Si se desea, puede prepararse una suspensión que contenga más de un compuesto de la fórmula (I). Esto se consigue, o bien mediante mixturación de la torta de filtro húmeda de más de un compuesto de la fórmula (I) con dispersantes, o bien mediante mixturación de las suspensiones obtenidas de compuestos individuales, para impedir decoloraciones, eventualmente en presencia de un electrólito.

25.

A continuación puede incorporarse la suspensión a un agente de lavado; por ejemplo, mediante afluen-

407 165

= 8 =

30 SI



5. cia de la cantidad necesaria de la suspensión, desde un depósito, a un dispositivo mezclador que contenga una suspensión del agente de lavado o del detergente, inmediatamente antes del secado por aspersion. La cantidad añadida de suspensión tixotrópica puede ser de 0,1 a 3% respecto al peso total del detergente.

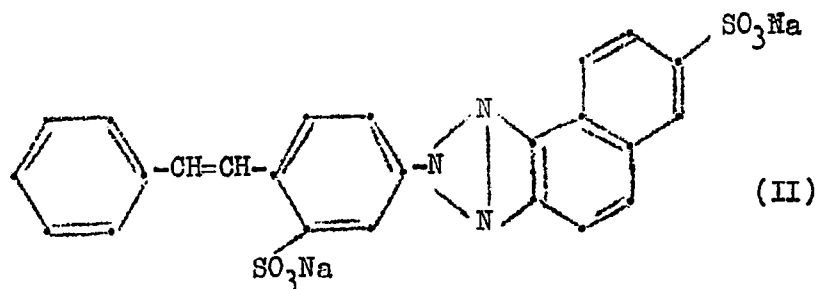
10. El invento aquí expuesto se refiere pues también a un procedimiento para preparar composiciones de agentes de lavado, lo mismo que a los agentes de lavado obtenidos de este modo, procedimiento que se caracteriza por mezclarse una suspensión para agentes de lavado, a base de detergentes usuales, con una suspensión tixotrópica de aclaradores y secarse. Las mezclas de suspensión obtenidas se secan con ventaja sometiéndolas a un proceso de secado por aspersion.

15. Los ejemplos que siguen tienen por objeto aclarar todavía más este invento. En ellos, las partes en peso se hallan respecto a los volúmenes en la misma relación que el kilogramo respecto al litro.
20. Las partes y los porcentajes se entienden en peso.

EJEMPLO 1

A una torta de filtro húmeda que contenía 55,0 partes de agua y 45,0 partes del compuesto de la fórmula

25.



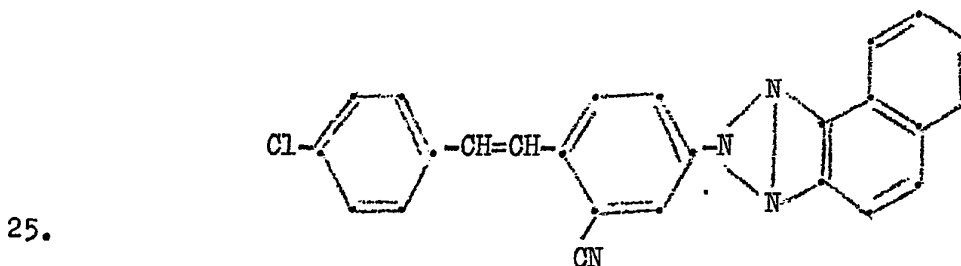
407 165



5. se añadieron 6,0 partes de la sal sódica del producto de condensación de ácido naftalinsulfónico y formaldehído. Se diluyó esto con agua salada al 5 a 10%, formando una suspensión que contenía 15,0 partes del compuesto de la fórmula (II), 77,0 partes de agua, 6,5 partes de cloruro sódico y 1,5 partes de dispersante. Se mezcló esta dilución a mano y luego se la homogeneizó con una mezcladora Silverson. La viscosidad Brookfield de la suspensión resultante fue de 4700 centipoises a 6
10. revoluciones por minuto y de menos de 1000 centipoises a 60 revoluciones por minuto. La suspensión no se sedimentó perceptiblemente en el curso de 12 semanas.

EJEMPLO 2

15. Se añadieron 0,75 partes de la sal sódica del producto de condensación de ácido naftalinsulfónico y formaldehído y 0,95 partes de silicato de magnesio (que se expende en el comercio con el nombre de Benaqua) a una torta de filtro húmeda que contenía 60,4 partes de agua y 37,9 partes del compuesto de la
20. fórmula



Primeramente se mezcló todo a mano y luego se homogeneizó en una mezcladora Silverson. La viscosidad Brookfield de la suspensión así obtenida fue de 3100 centi-

407 165<sup>= 10 =</sup>

30 SET. 1972

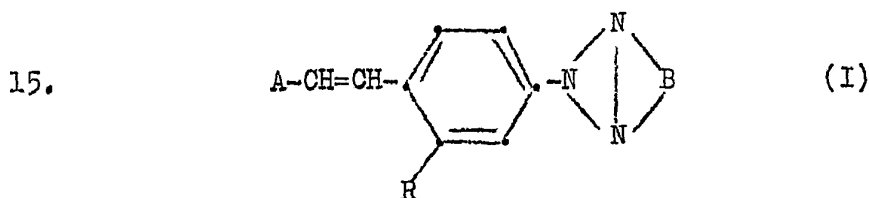
poises a 6 revoluciones por minutos y de menos de 1000 centipoises a 60 revoluciones por minuto. La suspensión no se sedimentó perceptiblemente en el transcurso de 12 semanas .

= .. =

N O T A

5. Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente británica núm. 45935/71, depositada el 2.10.71 y completada el

10. 1. Procedimiento para preparar suspensiones de aclaradores ópticos del grupo de los triazolil-estilbenos, que contiene 10 a 40% en peso (respecto al peso total de la suspensión) de un compuesto de la fórmula



en la que

20. A significa un radical carbocíclico aromático que contiene a lo sumo 2 anillos y que puede estar substituido por halógeno, alcoxilo, sulfo o carboxilo;
- B significa un radical bencénico o naftalíni-





co ligado a los átomos de nitrógeno con 2 átomos de carbono vecinos y eventualmente substituidos con halógeno, alquilo, sulfo o carboxilo; y

5. R significa sulfo, ciano o hidrógeno, caracterizado en que la torta de filtro húmeda que se obtiene en la preparación de dicho compuesto se mezcla con una cantidad tal de un dispersante que la suspensión obtenida sea tixotrópica, no se sedimente perceptiblemente en el almacenamiento estático y presente una viscosidad Brookfield de 2000 a 10000 centipoises a 6 revoluciones por minuto, de 1000 a 3500 centipoises a 12 revoluciones por minuto y hasta 2000 centipoises a 60 revoluciones por minuto.
- 10.
15. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse un compuesto de la fórmula (I) en el que A significa un radical bencénico y R significa el grupo de ácido sulfónico (o su sal sódica) o el grupo ciano.
20. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado en que el dispersante es la sal sódica del producto de condensación de ácido naftalinsulfónico y formaldehído.
25. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado en que la cantidad de dispersante añadida a la torta de filtro húmeda es de 0,1 a 5,0% en peso respecto al peso de la torta de filtro húmeda.



407 165 = 12 =



5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por añadirse un agente gelificante a la suspensión.
5. 6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado en que el agente gelificante es silicato de magnesio muy elaborado.
10. 7. Procedimiento según las reivindicaciones 5 o 6, caracterizado en que la cantidad de gelificante es de 0,1 a 2,0% en peso respecto al peso de la torta de filtro húmeda.
15. 8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por añadirse de 4 a 25% en peso (respecto al peso total de la suspensión) de un electrolito fuerte.
20. 9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado en que el electrolito es cloruro sódico, sulfato sódico, carbonato sódico o una de las sales potásicas respectivas.
25. 10. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por someterse suplementariamente la suspensión a un tratamiento molturador.
11. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado en que la viscosidad Brookfield es de 2000 a 5000 centipoises a 6 revoluciones por minuto.



407 165

= 13 =



407165

12. Procedimiento para preparar suspensiones de aclaradores ópticos del grupo de los triazolil-estilbenos.


5. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 13 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 30 Septiembre 1972

p. a.

JAIME ISERN

P. P.

  
~~Firmado: JOSÉ F. NIETO~~

