

Case 1-7757/MA 1485

30
407166
1972

407166

Int. Cl.: D 06 L

P A T E N T E

D E

I N V E N C I O N

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

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para la preparación de suspensiones (slurries) de aclaradores ópticos del grupo de los diestilbenos.

- Los aclaradores ópticos de la serie diestilbénica se suelen emplear en forma de un polvo seco, que se prepara a partir de la torta húmeda de filtro que, después de haber sido trasladada a cubetas, se ha secado previamente en hornos durante varias horas. A causa de las dificultades de manipulación del polvo seco y del peligro del polvillo resultaría ventajoso emplear
- 5.
 - 10.

407 166

= 2 =

30 SE



- el aclarador en forma de una suspensión acuosa. Se han realizado intentos de suspender el polvo seco, y también la torta húmeda del filtro, mediante mixturación con agua; pero estos intentos no han dado resultado porque
5. 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.
10. Ahora se ha descubierto sorprendentemente que pueden prepararse suspensiones tixotrópicas homogéneas en tales aclaradores si se mezcla con un dispersante su torta de filtro húmeda. Estas suspensiones apenas si se sedimentan durante el almacenamiento estático,
15. 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 tienen propiedades
20. de viscosidad que permiten manipularlas mucho más fácilmente de lo que es posible con una forma en polvo.
25. Estas suspensiones pueden sacarse de los depósitos aprovechando la fuerza de gravedad o por medio de bombas, con lo cual se evita el riesgo de polvillo que se presenta con la forma en polvo. 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 deter-

407 166

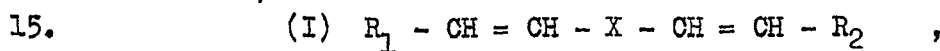


gente secado por aspersión.

Por suspensión tixotrópica debe entenderse una suspensión en la que:

- 5. 1) su viscosidad, medida con fuerza de cizallamiento constante en un viscosímetro Brookfield, decrece hasta alcanzar el equilibrio, al que se llega al cabo de un minuto aproximadamente; 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 a un procedimiento para la preparación de suspensiones tixotrópicas que contienen, respecto al peso total de la suspensión, de 15 a 60% de un compuesto de la fórmula



en la que

- X significa un radical difenílico unido en posición 4 y 4' a los grupos =CH-;
 - 20. R_1 y R_2 , independientemente uno de otro, significan un radical bencénico, difenílico, naftilico o piridílico;
 - 25. y uno a lo menos de los sistemas cíclicos R_1 , R_2 y X contiene un grupo sulfo, eventualmente degradado funcionalmente, un grupo sulfónico o un grupo de nitrilo, mercapto o metilo,
- procedimiento en el que la torta de filtro húmeda obtenida durante la preparación de dicho compuesto se mezcla con una cantidad tal de dispersante que la suspensión re

407 166

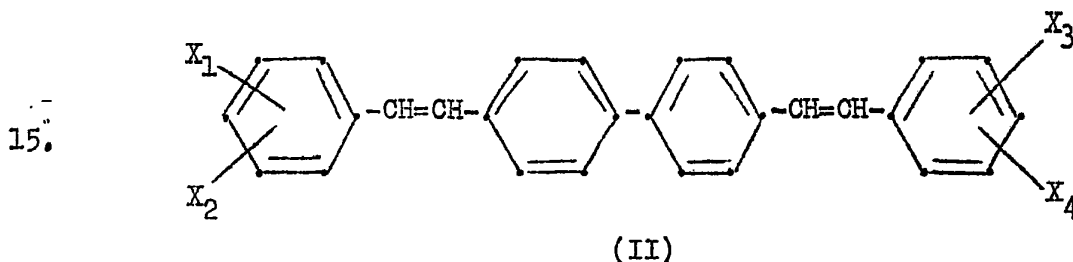
= 4 =



5. sultante sea tixotrópica y por lo tanto en el almacenamien-
to estático tenga tendencia reducida a la sedimentación
y presente en el equilibrio una viscosidad Brookfield
de 2000 a 10000 centipoises a 6 revoluciones por minu-
to (rpm), de 1000 a 3500 centipoises a 12 rpm y hasta
2000 centipoises a 50 rpm.

10. El contenido de materia seca de la torta
de filtro húmeda puede importar del 20 al 80%. Pero
por lo general contiene de 35 a 55% de materia seca.

Los compuestos de particular interés para
la preparación de suspensiones tixotrópicas homogéneas
corresponden a la fórmula



en la que

- 20.
- X_1 significa el grupo de ácido sulfónico o sus sales de metal alcalino;
- X_2 significa hidrógeno, el grupo de ácido sulfónico o sus sales de metal alcalino, halógeno, alquilo de 1 a 4 átomos de carbono o el grupo de ácido carboxílico o sus sales de metal alcalino;
- 25.
- X_3 significa hidrógeno, el grupo de ácido sulfónico o sus sales de metal alcalino, halógeno, alquilo de 1 a 4 átomos de carbono,

407 166

= 5 =



alcoxilo de 1 a 4 átomos de carbono, el grupo de ácido carboxílico o sus sales de metal alcalino, carboalcoxilo de 2 a 6 átomos de carbono o ciano; y

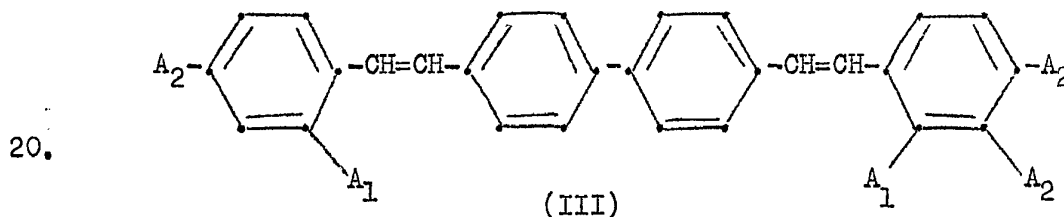
5. X_4 significa hidrógeno, el grupo de ácido sulfónico o sus sales de metal alcalino, halógeno, alquilo de 1 a 4 átomos de carbono o alcoxilo de 1 a 4 átomos de carbono; además de que

10. X_2 representa preferentemente hidrógeno o cloro,

X_3 representa preferentemente el grupo de ácido sulfónico o de su sal sódica o cloro y

15. X_4 representa preferentemente hidrógeno o cloro,

y a la fórmula



en la que

25. A_1 significa un grupo de ácido sulfónico (sal de metal alcalino), un átomo de halógeno o hidrógeno y

A_2 significa halógeno o hidrógeno

y en la que

A_1 representa preferentemente el grupo de ácido sulfónico (sal sódica) o cloro y

407166



A₂ significa preferentemente hidrógeno.

5. Cuando la concentración del compuesto de la fórmula general (I) presente 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 escasa, se produce mala estabilidad de la sedimentación.

10. El contenido deseado de compuesto de la fórmula general (I) en la suspensión puede ajustarse mediante adición de agua, de electrolito acuoso, de suspensión 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. La proporción de compuesto de la fórmula (I) importa convenientemente de 20 a 60% en peso, y preferentemente de 20 a 45% en peso, respecto al peso de la suspensión.

15. La suspensión se mezcla luego con el dispersante hasta que está homogénea. La mixturación puede llevarse a cabo, por ejemplo, valiéndose de un dispositivo homogeneizador.

20. En las condiciones del almacenamiento estático, las suspensiones tixotrópicas constituyen formas ge-
25. losas, que pueden volver a licuarse fácilmente mediante agitación. Esto reduce la viscosidad, por lo que es posible retirar de los depósitos la suspensión mediante bombeo o dejándola escurrir.



1972

407 166

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 caprílica 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-hidroxi-etil)-sebo; el

5. el éster de ácido monosebácico o de ácido resínico de polioxi-etilenglicoles; 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 polioxi-etilénico no iónicos y de cadena larga.
- 10.
- 15.

La cantidad de dispersante que se añade a la torta de filtro/^{húmeda} importa de conveniencia 0,1 a 5% en peso respecto al peso de la torta de filtro húmeda.

20. De preferencia, la proporción de dispersante se halla en el intervalo de 0,5 a 2% en peso respecto al peso de la torta de filtro húmeda.

25. Si se quiere puede añadirse también a la suspensión un agente gelificante. Ejemplos de gelificación 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

407 168 = 8 =



húmeda, y preferentemente en un intervalo de 0,1 a 1% en peso.

5. Si se quiere, puede añadirse a la suspensión un electrólito. El electrólito 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.

10. Por otra parte, pueden mejorarse las propiedades tintóreas en agua fría 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.
- 15.

- 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; y a 60 revoluciones por minuto, preferentemente de unas 50 a 1000 centipoises.
- 20.

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

25. La preparación de acuerdo con 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, evitando pasos de proce-

407 166 30 SEP 1972



so 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 empeoren las propiedades.

5.

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, eventualmente en presencia de otros electrólitos más.

10.

La suspensión puede incorporarse a continuación a un agente de lavado, por ejemplo mediante afluencia 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 aspersión. La cantidad añadida de suspensión tixotrópica puede ser, respecto al peso total del detergente, de 0,1 a 3%.

15.

20.

El invento aquí expuesto atañe pues también a un procedimiento para la preparación de composiciones de agentes de lavado, así como a los agentes de lavado obtenidos de este modo, procedimiento que se caracteriza por mezclarse una suspensión para agentes de lavado de detergentes usuales con una suspensión tixotrópica de aclaradores y secarse. Las mezclas de suspensión obtenidas se secan con ventaja sometiéndolas a un proce-

25.

407 166



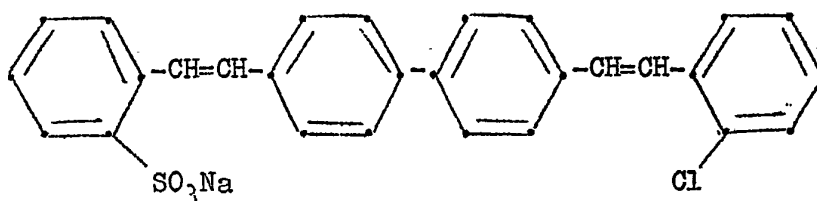
30 SET. 1977

so de secado por aspersión.

5. El ejemplo que sigue tiene por objeto aclarar todavía más este invento. En él, las partes en peso se hallan en la misma relación a los volúmenes que el kilogramo al litro. Las partes y los porcentajes se entienden en peso.

EJEMPLO

10. A una torta de filtro constituida por 74,4 partes de agua y 24,1 partes del compuesto de la fórmula



15. se añadieron 0,5 partes de la sal sódica del producto de condensación de ácido naftalinsulfónico y formaldehído y 0,7 partes de silicato de magnesio.

20. Todo ello se mezcló primeramente a mano y luego se homogeneizó en un dispositivo mezclador (mezcladora Silverson). El campo de viscosidad Brookfield de la suspensión resultante fue de 3520 centipoises a 6 rpm y de menos de 1000 centipoises a 60 rpm.

Por un período de 12 semanas no pudo observarse ninguna sedimentación perceptible.

= . =

- 25.

N O T A

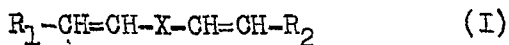
Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes rei-

407 166



vindicaciones con prioridad de la solicitud de patente británica nº 45933/71 depositada el 2.10.71 y completada el

5. 1. Procedimiento para la preparación de suspensiones de aclaradores ópticos del grupo de los dietilbenos que contiene 15 a 60% en peso, respecto al peso total de la suspensión, de un compuesto de la fórmula general



10. en la que

X significa un radical difenílico ligado en posición 4 y 4' a los grupos =CH-;

R₁ y R₂, independientemente uno de otro, significan un radical bencénico, difenílico, naftílico o piridílico;

15.

y uno a lo menos de los sistemas cíclicos

R₁, R₂ y X contiene un grupo sulfo, eventualmente degradado funcionalmente, un grupo sulfónico o un grupo de nitrilo, mercapto o metilo,

20.

caracterizado por mezclarse con un dispersante la torta de filtro húmeda obtenida en la preparación de dicho compuesto, de modo que la suspensión resultante sea tixotrópica, no se sedimente perceptiblemente durante el almacenamiento estático y presente una viscosidad Brookfield de 2000 a 10000 centipoises a 6 rpm y hasta 2000 centipoises a 60 rpm,

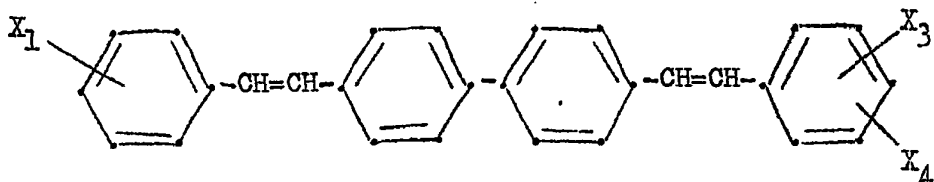
25.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse un compuesto de la fórmula



407 166

30 SEP 1972



(II)

5.

en la que

- X₁ significa el grupo de ácido sulfónico o de sus sales de metal alcalino;
 - X₂ significa hidrógeno, el grupo de ácido sulfónico o de sus sales de metal alcalino, halógeno, alquilo de 1 a 4 átomos de carbono o el grupo de ácido carboxílico o de sus sales de metal alcalino;
 - X₃ significa hidrógeno, el grupo de ácido sulfónico o de sus sales de metal alcalino, halógeno, alquilo de 1 a 4 átomos de carbono, alcoxilo de 1 a 4 átomos de carbono, el grupo de ácido carboxílico o de sus sales de metal alcalino, carboalcoxilo de 2 a 5 átomos de carbono o ciano; y
 - X₄ significa hidrógeno, el grupo de ácido sulfónico o de sus sales de metal alcalino, halógeno, alquilo de 1 a 4 átomos de carbono o alcoxilo de 1 a 4 átomos de carbono.
3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por emplearse un compuesto de la fórmula (II) en el que X₁ significa el grupo de ácido sulfónico o de su sal sódica, X₂ significa hidrógeno o cloro,

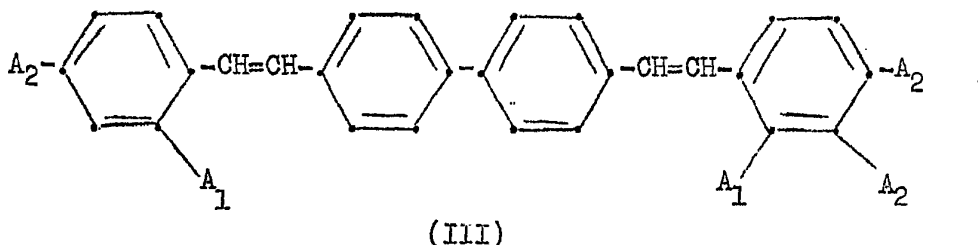
407 166



X₃ significa el grupo de ácido sulfónico o de su sal sódica o cloro y X₄ significa hidrógeno o cloro.

4. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse un compuesto de la fórmula

5.



10.

en la que

A₁ significa un grupo de ácido sulfónico (sal de metal alcalino), un átomo de halógeno o hidrógeno y

A₂ significa halógeno o hidrógeno.

15.

5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por emplearse un compuesto de la fórmula (III) en el que A₁ significa el grupo de ácido sulfónico (sal sódica) o cloro y A₂ significa hidrógeno.

20.

6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado en que la suspensión contiene de 20 a 45% en peso de un compuesto de la fórmula general (I) respecto al peso total de la suspensión.

25.

7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado en que el dispersante es la sal sódica del producto de condensación de ácido naftalinsulfónico y formaldehído.



30 SET



407 166

8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado en que la cantidad de dispersante añadida a la torta de filtro es de 0,5 a 5% en peso respecto al peso de la torta de filtro húmeda.
5. 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por añadirse a la suspensión un agente gelificante.
10. 10. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado en que el gelificante es silicato de magnesio muy elaborado.
11. 11. Procedimiento según las reivindicaciones 9 o 10, 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. 12. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado por añadirse 4 a 25% en peso de un electrolito fuerte respecto al peso total de la suspensión.
20. 13. Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado en que el electrolito es el cloruro sódico.
14. 14. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado por someterse la suspensión a un tratamiento de molturación.
15. 15. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 14, caracterizado en que la viscosidad Brookfield



407166

es de 2000 a 5000 centipoises a 6 rpm y de 50 a 1000 centipoises a 60 rpm.

- 5. 16. Procedimiento para la preparación de suspensiones de aclaradores opticos del grupo de los diestilbenos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 15 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 30 septiembre de 1972

p.a.

P. E.

JOSÉ ISERN

~~Handwritten signature~~

Firmado: JOSÉ R. NIETO

Handwritten mark or signature