

1437489'

Int. Cl. C09B; 006L

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPOSICIONES ACUOSAS DE COLORANTES Y ACLARADORES OPTICOS INSOLUBLES HASTA DIFICILMENTE SOLUBLES EN AGUA", a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

- Este invento se refiere a preparados acuosos de colorantes o aclaradores ópticos insolubles en agua hasta difícilmente solubles en ella, al procedimiento para preparar estos preparados, al empleo de ellos para componer pastas de estampar acuosas, al empleo de éstas para estampar materiales de soporte y su utilización en la impresión por transferencia, al empleo de dichos preparados para teñir o aclarar ópticamente materiales textiles y asimismo a los materiales de soporte estampados o impresos así como al material textil estampado u ópticamente aclarado en la impre-
- 5.
- 10.

sión por transferencia, o bien teñido, estampado u ópticamente aclarado en el proceso de tinción o estampación, por medio de dichos preparados.

- Las formas comerciales de colorantes o de aclaradores ópticos insolubles en agua hasta difícilmente solubles en ella se conocen tanto en forma de marcas líquidas como en forma de marcas de polvo. Estas últimas tienen la desventaja de que antes del uso aplicatorio deben ser dispersadas en agua; y las primeras tienen la desventaja de contener grandes cantidades de dispersantes (la mayoría de las veces más del 30 % en peso) y poco colorante (en el orden de un 20 % en peso) o aclarador óptico (en el orden de un 5 a 25 % en peso). Existía pues la necesidad, especialmente para la composición de pastas de estampar destinadas a la impresión de materiales de soporte y a su uso en la estampación por transferencia, de crear una forma comercial, particularmente para colorantes, que fuera utilizable directamente, que de una parte presentara un contenido relativamente pequeño de dispersantes y de otra parte gran contenido de colorante y que además fuera pobre en electrólitos, para permitir la utilización universal de espesantes, aun sensibles a los electrólitos, en la preparación de las pastas de imprimir o estampar.
5. Las formas comerciales de colorantes o de aclaradores ópticos insolubles en agua hasta difícilmente solubles en ella se conocen tanto en forma de marcas líquidas como en forma de marcas de polvo. Estas últimas tienen la desventaja de que antes del uso aplicatorio deben ser dispersadas en agua; y las primeras tienen la desventaja de contener grandes cantidades de dispersantes (la mayoría de las veces más del 30 % en peso) y poco colorante (en el orden de un 20 % en peso) o aclarador óptico (en el orden de un 5 a 25 % en peso). Existía pues la necesidad, especialmente para la composición de pastas de estampar destinadas a la impresión de materiales de soporte y a su uso en la estampación por transferencia, de crear una forma comercial, particularmente para colorantes, que fuera utilizable directamente, que de una parte presentara un contenido relativamente pequeño de dispersantes y de otra parte gran contenido de colorante y que además fuera pobre en electrólitos, para permitir la utilización universal de espesantes, aun sensibles a los electrólitos, en la preparación de las pastas de imprimir o estampar.
10. Existía pues la necesidad, especialmente para la composición de pastas de estampar destinadas a la impresión de materiales de soporte y a su uso en la estampación por transferencia, de crear una forma comercial, particularmente para colorantes, que fuera utilizable directamente, que de una parte presentara un contenido relativamente pequeño de dispersantes y de otra parte gran contenido de colorante y que además fuera pobre en electrólitos, para permitir la utilización universal de espesantes, aun sensibles a los electrólitos, en la preparación de las pastas de imprimir o estampar.
15. materiales de soporte y a su uso en la estampación por transferencia, de crear una forma comercial, particularmente para colorantes, que fuera utilizable directamente, que de una parte presentara un contenido relativamente pequeño de dispersantes y de otra parte gran contenido de colorante y que además fuera pobre en electrólitos, para permitir la utilización universal de espesantes, aun sensibles a los electrólitos, en la preparación de las pastas de imprimir o estampar.
20. más fuera pobre en electrólitos, para permitir la utilización universal de espesantes, aun sensibles a los electrólitos, en la preparación de las pastas de imprimir o estampar.

- Se han hallado ahora unos preparados acuosos de colorantes o aclaradores ópticos insolubles en agua hasta difícilmente solubles en ella que carecen de los inconvenientes que se han mencionado. Estos nuevos preparados acuosos son pobres en dispersante, pobres en electrólitos, estables, muy concentrados en colorante o aclarador óptico que sea conforme a la definición, finamente dispersos, fluentes y contienen
25. Se han hallado ahora unos preparados acuosos de colorantes o aclaradores ópticos insolubles en agua hasta difícilmente solubles en ella que carecen de los inconvenientes que se han mencionado. Estos nuevos preparados acuosos son pobres en dispersante, pobres en electrólitos, estables, muy concentrados en colorante o aclarador óptico que sea conforme a la definición, finamente dispersos, fluentes y contienen

- colorantes (en particular, colorantes de dispersión o colorantes de tina) o aclaradores ópticos, insolubles en agua hasta difícilmente solubles en ella, cuyo tamaño de partículas es menor de 10 micras, y en particular menor de 2 micras.
5. Estos preparados se caracterizan por contener preferentemente no menos de 10 % en peso, y en particular de 20 a 30 % en peso, de agua, a lo menos 30 % en peso, en particular de 35 a 65 % en peso y preferentemente de 40 a 60 % en peso, de un colorante o aclarador óptico finamente disperso, insoluble en agua hasta difícilmente soluble en ella, y una mezcla constituida por 10 % en peso a lo sumo, y en particular de 0,1 a 5 % en peso, de un dispersante anionactivo, 5 % en peso a lo sumo, y en particular 1 a 3 % en peso, de un dispersante no ionógeno y 35 % en peso a lo sumo, y en particular de 5 a 20 % en peso, de un agente hidrotropo, así como eventualmente otros aditivos.
- 10.
- 15.

- En calidad de colorantes insolubles en agua hasta difícilmente solubles en ella entran en cuenta sobre todo los colorantes de dispersión. Cabe citar, por ejemplo, los colorantes básicos de Celliton^(R) y Palanil^(R), colorantes de la BASF, de Cibacet^(R) y Terasil^(R), colorantes de Ciba-Geigy, de Artisil^(R) y Foron^(R), colorantes de Sandoz, y los colorantes de Duranol^(R), de la ICI, para no citar más que unos pocos. Desde el punto de vista químico se trata de diversas clases de colorantes, como, por ejemplo, colorantes nitro, colorantes aminocetónicos, colorantes cetoni-mínicos, colorantes metínicos, colorantes nitrodifenilamínicos, colorantes quinolínicos, colorantes aminonaftoquinónicos, colorantes cumarínicos y en particular colorantes an-
- 15.
- 25.

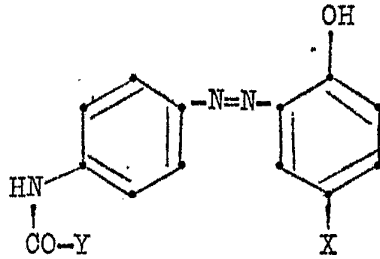
traquinónicos y colorantes azoicos, como los monoazoicos y los disazoicos.

5. Entran además en consideración los colorantes de tina. Los representantes típicos pertenecen a las clases químicas siguientes, por ejemplo: colorantes indigoides; colorantes de tina antraquinónicos, a los cuales pertenecen también las antrimidas, las antraquinonacridonas, los antraquinontiazoles y las antraquinonilacinas, y por último los derivados de sistemas cíclicos condensados; colorantes nftalínicos; colorantes perilénicos; carbazoles sulfurados y colorantes quinónicos.
- 10.

- Se comprende que el tipo de colorante dentro de esta definición dada está determinado ampliamente por el campo de empleo de estos preparados acuosos de colorante conformes al invento. Por ejemplo, si éstos se utilizan para la preparación de pastas de estampar y el ulterior empleo en la estampación por transferencia, se emplearán como colorantes insolubles en agua hasta difícilmente solubles en ella los que sean aptos para el método de estampación por transferencia dentro del marco de esta definición, y en particular los colorantes de dispersión que son termoestables, transferibles sin descomponerse y que a la presión atmosférica pasan al estado de vapor en el 60 % a lo menos y en menos de 60 segundos entre 150 y 220° C.
- 15.
- 20.

25. Como colorantes de dispersión de esta índole cabe citar a título de ejemplos los colorantes monoazoicos de las fórmulas
-

5.



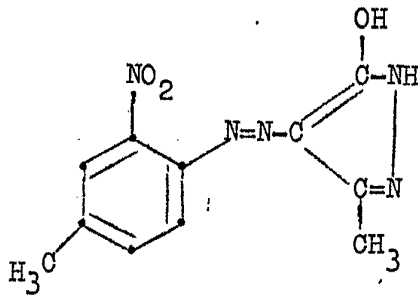
en la que

X e Y significan cada uno un radical alquílico

10.

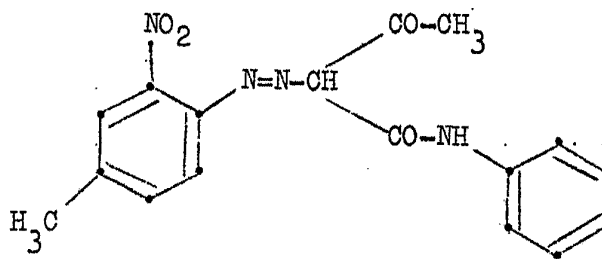
con 1 a 4 átomos de carbono,

15.



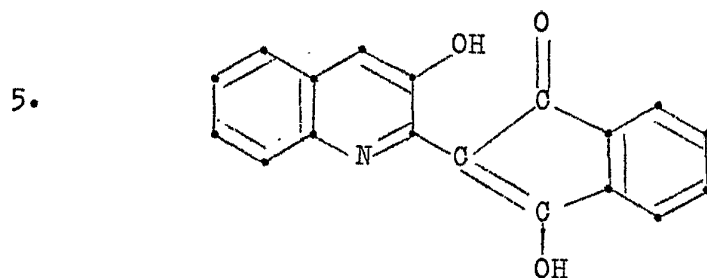
y

20.



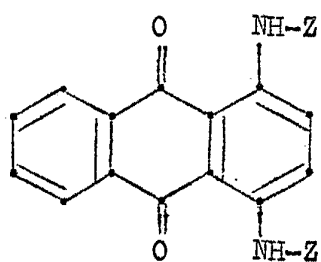
25.

y sobre todo el colorante quinoftalónico de la fórmula



y los colorantes antraquinónicos de las fórmulas

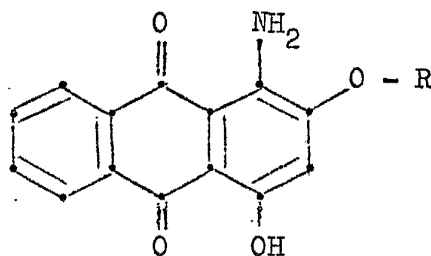
10.



15.

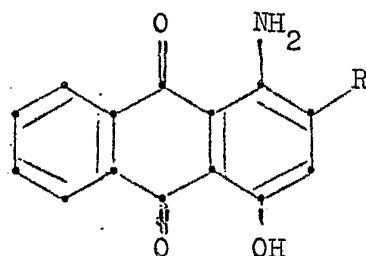
(Z = alquilo con 1 a 4 átomos de carbono),

20.



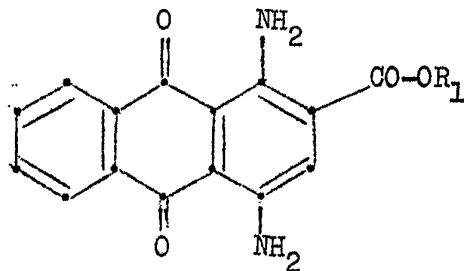
(R = alquilo o arilo)

25.



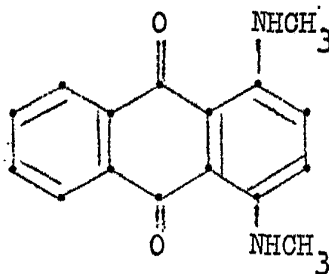
(R = Hal)

5.

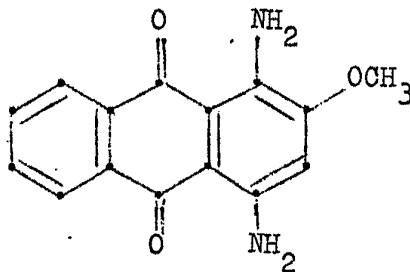


(R₁ = alquilo con 3 ó 4 átomos de carbono)

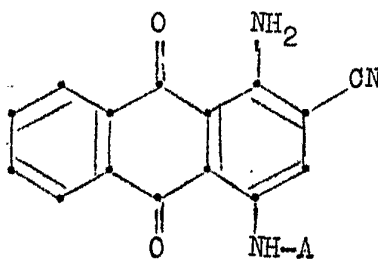
10.



15.



20.



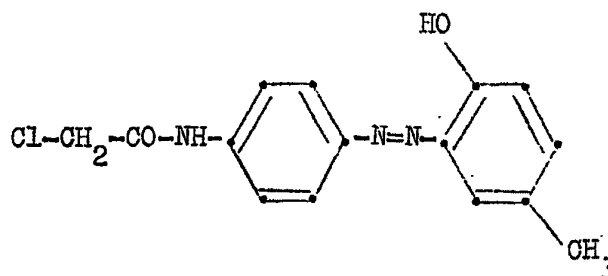
25.

(A = alquilo o arilo),

así como las 1,5-diamino-4,8-dihidroxi-anttraquinonas bromadas o cloradas.

Pero también entran en cuenta los colorantes de dispersión reactivos que pueden utilizarse en el método de la estampación por transferencia, como, por ejemplo, los colorantes de las fórmulas

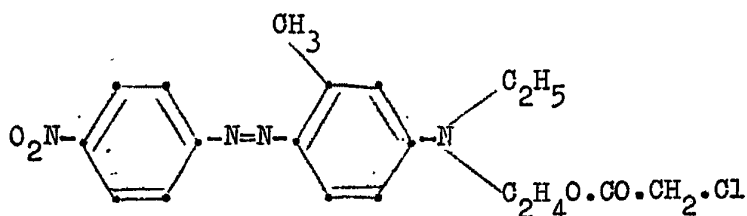
5.



10.

y

15.



20.

También es importante además la elección de los colorantes en las combinaciones de éstos, pues sólo los colorantes que son semejantes en su característica de transferencia deben combinarse en el método de transferencia.

En calidad de aclaradores ópticos insolubles en agua hasta difícilmente solubles en ella entran en cuenta sobre todo las clases siguientes de compuestos, con sus productos de sustitución no ionógenos:

25.

- a) parazolinas, como, por ejemplo, la 1-(4-sulfamoilfenil)-3-(4-clorofenil)-pirazolina o la 1-(4-metilsulfonilfenil)-3-(4-clorofenil)-pirazolina,
- b) cumarinas, como la 3-fenil-7-(3-metilpirazol-1-il)-cumarina, la 3-fenil-7-(3-fenil-4-metil-1,2,3-triazol-2-il)-cumarina o la 3-(4-cloro-1,2-

-pirazol-1-il)-7-(3-fenil-4-metil-1,2,3-triazol-2-il)-
-cumarina,

5. c) mono- y bis-benzoxazoles, como el
naftalin-1,4-bis-benzoxazol-(2), el tiofen-2,5-bis-
-benzoxazol-(2), el etilen-1,2-bis-(5-metil-benzoxa-
zol)-(2), el 2-(4-cianoestiril)-5,6-dimetilbenzoxazol
y el 4-(5,7-dimetilbenzoxazol-2-il)-4'-fenilestilbeno,

d) bencimidazoles, como el furan-2,5-bis-
-(N-metilbencimidazol-(2),

10. e) ariltriazoles, como el 2-(4-cloro-2'-
-ciano-estilben-4'-il)-nafto-(1', 2':4,5)-1,2,3-triazol,

f) naftoxazoles, como el 2-(omega-estiril)-
-nafto-(1,2-d)-oxazol,

15. g) pirenos, como la 2-pirenil-4,6-dimetoxi-
-1,3,5-triacina,

h) naftalimidias, como la 4-metoxi-N-metilnafta-
limida o la 4,5-dietoxi-N-metilnaftalimida,

20. i) bis-etilen-arilos, como el 1,4-bis-(2-ciano-
estiril-omega)-benceno y el 4,4'-bis-(2-metoxiestiril-
-omega)-bifenilo.

Por lo demás, también es posible utilizar mezclas
de tipos diferentes de aclaradores dentro del cuadro de esta
definición, en los preparados acuosos de aclarador.

25. En calidad de dispersantes anionactivos entran en
cuenta, por ejemplo:

- alcoholes puramente alifáticos sulfatados, prima-
rios o secundarios, cuya cadena alquílica presente de 8 a 18
átomos de carbono; por ejemplo, sulfato sódico de laurilo,
sulfato potásico de alfa-metil-estearilo, sulfato sódico de

tridecilo, sulfato sódico de oleilo, sulfato potásico de estearilo o las sales sódicas de los sulfatos de alcoholes grasos de coco,

- ácidos grasos superiores o ésteres de ácido graso, insaturados y sulfatados, como el ácido oleico, el ácido elaidínico o el ácido ricinólico y respectivamente sus ésteres alquílicos inferiores, como los ésteres etílicos, propílicos o butílicos, y los aceites que contienen tales ácidos grasos, como el aceite de oliva, el aceite de ricino y el
10. aceite de colza,
- los productos de adición, transformados en un éster ácido con ayuda de un ácido dicarboxílico orgánico (como el ácido maleico, el ácido malónico o el ácido succínico), pero preferentemente con un ácido polibásico inorgánico (como el ácido orto-fosfórico o, en particular, el ácido sulfúrico), de 1 a 20 moles de óxido de etileno a aminas grasas, ácidos grasos o alcoholes alifáticos con 8 a 20 átomos de carbono en la cadena alquílica (por ejemplo, a estearilamina, oleilamina, ácido esteárico, ácido oleico, alcohol láurico,
15. alcohol mirístico, alcohol estearílico o alcohol oleílico), como, por ejemplo, la sal amónica de éter triglicólico del alcohol láurico sulfatado; o de 1 a 5 moles de óxido de etileno a alquilfenoles, como el éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 2 moles de óxido de etileno a 1
20. mol de p-nonilfenol, el éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 1,5 moles de óxido de etileno a 1 mol de p-terciocetilfenol, el éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 5 moles de óxido de etileno a 1
25. mol de p-nonilfenol, el éster ácido de ácido fosfórico del

producto de adición de 2 moles de óxido de etileno a 1 mol de p-nonilfenol y el éster ácido de ácido maleico del producto de adición de 2 moles de óxido de etileno a 1 mol de p-nonilfenol,

5. - compuestos polioxílicos esterificados y sulfatados; 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),
10. - alquilsulfonatos primarios y secundarios cuya cadena alquílica contiene de 8 a 20 átomos de carbono; por ejemplo, decilsulfonato amónico, decilsulfonato sódico, hexadecansulfonato sódico y estearilsulfonato sódico,
15. - sulfonatos de alquilarilo, como los sulfonatos de alquilbenceno con cadena lineal o ramificada de 7 átomos de carbono por lo menos (por ejemplo, dodecylbencensulfonato sódico, sulfonato de 1,3,5,7-tetrametiloctilbenceno y octadecylbencensulfonato sódico), los sulfonatos de alquilnaftalina (por ejemplo, 1-isopropilnaftalin-2-sulfonato sódico y dibutilnaftalinsulfonato sódico) o los sulfonatos de dinaftilmetano (por ejemplo, la sal disódica del di-(6-sulfonafetil-2)-metano)
20. - sulfonatos de ésteres de ácido policarboxílico; por ejemplo, dioctilsulfosuccinato sódico y dihexil-sulfotato sódico,
25. - las sales sódicas, potásicas, amónicas, N-alquílicas, N-hidroalquílicas, N-alcohalquílicas o N-ciclohexilamónicas e hidracínicas y morfólicas, designadas como

jabones, de ácidos grasos con 10 a 20 átomos de carbono (como el ácido láurico, palmítico, esteárico u oleico), de ácidos nafténicos y de ácidos resínicos (como el ácido abietínico); por ejemplo, los llamados jabones de colofonia,

5. - Ésteres de polialcoholes, en particular mono- o diglicéridos de ácidos grasos con 12 a 18 átomos de carbono; por ejemplo, los monoglicéridos del ácido láurico, esteárico, palmítico u oleico, lo mismo que los ésteres de ácido graso de alcoholes de azúcar (como la sorbita, los sorbitanes y la sacarosa); por ejemplo, el monolaurato de sorbitán (Span 20), el palmitato de sorbitán (Span 40), el estearato de sorbitán (Span 60), el oleato de sorbitán (Span 80), el sesquioleato de sorbitán, el trioleato de sorbitán (Span 85) o sus productos de oxietilación (Tween).
- 10.
15. Sumamente favorables se han revelado como dispersantes anionactivos los sulfonatos de lignina y los polifosfatos, así como los productos de condensación de ácidos sulfónicos aromáticos con formaldehído (por ejemplo, los productos de condensación de formaldehído y ácidos naftalinsulfónicos o de formaldehído, ácido naftalinsulfónico y ácido bencensulfónico) o un producto de condensación de cresol bruto, formaldehído y ácido naftalinsulfónico.

20. Pero también entran en cuenta mezclas de dispersantes anionactivos, como, por ejemplo, la del producto de condensación de cresol bruto, formaldehído y ácido naftalinsulfónico con sulfonato de lignina.
- 25.

Normalmente los dispersantes aniónicos se hallan en forma de sus sales alcalinas, de sus sales amónicas o de sus sales amínicas solubles en agua. Para mayor ventaja deben

utilizarse calidades pobres en electrólitos extraños.

A título de dispersantes no ionógenos cabe citar como ejemplos:

- Los productos de adición de 5 a 50 moles, por ejemplo, de óxidos de alquileo (en particular de óxido de etileno, en cuyo caso unidades individuales de óxido de etileno pueden estar substituídas por epóxidos substituídos, como el óxido de estireno y/o el óxido de propileno) a ácidos grasos superiores o a alcoholes, mercaptanos o aminas saturados o insaturados, con 8 a 20 átomos de carbono, o a alquifenoles o alquiltiofenoles cuyos radicales alquílicos presentan 7 átomos de carbono a lo menos,
- 5. - Los productos de reacción de ácidos grasos de peso molecular alto e hidroxialquilaminas; éstos pueden prepararse, por ejemplo, a partir de ácidos grasos de peso molecular alto (preferentemente los de unos 8 a 20 átomos de carbono, como el ácido caprílico, el ácido esteárico, el ácido oleico y en particular la mezcla de ácidos compendiada con la designación colectiva de "ácido graso de aceite de coco") e hidroxialquilaminas, como la trietanolamina o preferentemente la dietanolamina, así como mezclas de estas aminas, para lo cual la reacción se efectúa de modo que la relación molecular cuantitativa entre la hidroxialquilamina y el ácido graso sea mayor de 1 (por ejemplo, 2:1) se describen compuestos de este tipo en la patente norteamericana nº 2.089.212,
- 10. - Los productos de condensación de óxido de alquileo (en particular, óxido de etileno), en los que unidades individuales de óxido de etileno pueden estar reemplazadas por epóxidos substituídos, como el óxido de estireno y/o el
- 15.
- 20.
- 25.

óxido de propileno.

- Sumamente ventajosos se han revelado los éteres poliglicólicos de alcohol graso, en particular los de más de 20 moles de óxido de etileno, como el alcohol cetil-estearílico esterificado con 25 moles de óxido de etileno, el alcohol estearil-oleílico esterificado con 80 moles de óxido de etileno y el alcohol oleílico esterificado con 20 a 80 moles de óxido de etileno. Son además muy apropiados los éteres fenólicos, como el p-nonilfenol esterificado con 9 moles de óxido de etileno, el éster de ácido ricinólico con 15 moles de óxido de etileno y el alcohol hidroabietílico esterificado con 25 moles de óxido de etileno.

- Estos dispersantes no ionógenos conviene que sean pobres en electrólitos. Las mezclas de tales agentes son posibles y presentan en parte efectos sinérgicos.

- Por agentes hidrotropos a los que se recurre en los preparados acuosos según este invento deben entenderse los capacitados para convertir la dispersión de los colorantes o aclaradores ópticos insolubles en agua hasta difícilmente solubles en ella en una forma desfloculada estable sin que por ello se produzca reacción química entre el colorante o el aclarador óptico y la sustancia hidrotropa. Estos compuestos deben ser solubles en agua. Como sustancias que presentan estas propiedades entran en cuenta, por ejemplo, las sales hidrotropas, como el sodio de ácido benzoico, el sodio de ácido bencensulfónico, el sodio de ácido p-toluensulfónico o el sodio de ácido N-bencilsulfanílico. Pero han resultado particularmente ventajosos en este aspecto los compuestos nitrogenados, como la urea y sus derivados (por ejemplo, dimetilurea

o cloruro de guanidina), o las amidas de ácido (como la acetamida y la propionamida y sus derivados, en particular la N-metilacetamida).

5. Con el empleo según este invento de la sustancia hidrotropa en combinación con dispersiones de los colorantes o aclaradores ópticos conformes a la definición se logra una estabilización de la dispersión desfloculada, sin que se produzca propiamente disolución incipiente de los colorantes.

10. Gracias a esta combinación conforme al invento, a saber, del dispersante anionactivo y el no ionógeno junto con el agente hidrotropo en las cantidades indicadas, es posible obtener preparados acuosos que de una parte son pobres en dispersantes y de otra parte están concentrado en colorante o aclarador óptico y que se distinguen sobre todo por su
15. estabilidad tanto frente al calor como al frío en un intervalo de temperaturas de -10°C a 60°C aproximadamente, por su estabilidad en el almacenamiento durante muchos meses, por el libre derrame, por la forma finamente dispersa y por su escasa viscosidad, en el intervalo de unas 10 a 1000 centi-
20. poises a 20°C .

A causa de la gran proporción ponderal de colorante o aclarador óptico, los preparados acuosos de este invento son muy compactos y por tanto ahorradores de espacio. Se asegura así una reducción del espacio para el almacenamiento,
25. la expedición y el transporte.

En caso de que se desee y resulte necesario, pueden añadirse a estos preparados otros suplementos mejoradores de las propiedades, como, por ejemplo, agentes higroscópicos (por ejemplo, glicoles o sorbitas), anticongelantes (por

ejemplo, etilenglicol o monopropilenglicol), antimicrobianos, fungicidas (por ejemplo, solución acuosa de formalina), antiespumantes y mejoradores de la viscosidad.

5. Por la presencia de un 10 % de sorbita puede lograrse además una redispersibilidad perfecta de la pasta completamente desecada.

10. Se comprende lógicamente que en los preparados de aclarador sólo hallan empleo los dispersantes o agente hidrotropos aniónicos y no ionógenos que no tengan ninguna propiedad fuertemente perjudicial (por ejemplo, los llamados efectos de "quenching") sobre la fluorescencia del aclarador. Para el empleo ulterior en las operaciones de fulardeo térmico estos agentes auxiliares deben además ser capaces de resistir las breves cargas térmicas de 150 a 220° C sin amarillear.

15. Merced a su alto contenido de colorante o de aclarador óptico, estos preparados son muy superiores a las marcas líquidas que se hallan hasta ahora en el mercado, ya que por su menor contenido de agentes dispersantes y reajustantes pueden ser convertidos en tintas de estampar de suficiente concentración de colorante o aclarador óptico y baja viscosidad. Para imprimir sobre papel por métodos de impresión sin disolventes, puramente acuosos, valiéndose de máquinas impresoras de rodillos, flexo y en particular de impresión rotativa con película, se exigen sistemas de preparación muy concentrados, pobres en dispersantes. Como el papel, comparado con los materiales textiles, tiene una capacidad de absorción claramente reducida para las tintas de impresión, no es posible emplear, especialmente para tonos subidos, las formulaciones aptas para la estampación directa sobre géneros
- 20.
- 25.

textiles.

- La preparación de los nuevos preparados acuosos se efectúa por ejemplo mezclando o moliendo el colorante o aclarador óptico conforme a la definición, en agua, con uno
5. a lo menos de los dispersantes anionactivos y/o no ionógenos mencionados, lo cual puede realizarse, por ejemplo, en un molino de bolas o de arena, y añadiendo los demás componentes antes de la molturación, durante ella o aún después de ella, para que se origine un preparado cuyo tamaño de partículas sea menor de 10 micras, y en particular menor de 2 micras.
- 10.

- Los nuevos preparados acuosos de colorante hallan empleo, con ventaja después de diluidos con agua, para teñir o estampar materiales textiles por métodos continuos o discontinuos. Según los colorantes incluidos en los preparados,
15. pueden teñirse o estamparse con éstos los más diversos materiales textiles, como, por ejemplo, materiales de poliéster o de triacetato de celulosa, o bien mezclas de fibras cuando se utilizan preparados que contienen colorantes de dispersión.

- También en la preparación de pastas de estampar para la estampación textil tradicional es interesante utilizar preparaciones con el contenido más bajo que sea posible de dispersante, porque los colorantes de dispersión que se facilitan hoy día contienen grandes cantidades de éste, las cuales
20. han de excluirse por lavado después de la fijación del colorante y recargan así innecesariamente las aguas residuales.
- 25.

Los espesantes empleados para la preparación de estas pastas de estampar pueden, al contrario de lo que ocurre con las preparaciones corrientes en el comercio de colo-

rantes de dispersión, ser sensibles a los electrólitos, ya que los preparados de este invento son pobres en electrólitos. Muy valiosos han resultado ser en este aspecto, sobre todo, los espesantes a base de poliacrilo.

5. Una posibilidad de empleo preferida consiste además en que estos preparados de colorante pueden utilizarse con empleo de espesantes para la preparación de pastas de estamper de base acuosa o a base de una emulsión de agua-en-aceite, pastas que sirven para imprimir materiales de soporte que a su vez pueden utilizarse en el método de estampación por transferencia sobre materiales textiles.

10. Los materiales de soporte que se imprimen con tales pastas de estamper son conocidos y se componen apropiadamente de una estructura plana flexible, de preferencia estable en volumen, como una cinta, una tira o una hoja, con ventaja de superficie lisa. Estos materiales de soporte deben ser estables térmicamente y están constituidos por los más diversos tipos de materiales, sobre todo no textiles, como, por ejemplo, metal (una hoja de aluminio o de acero) o una cinta sin fin de acero inoxidable, de plástico o de papel (preferentemente, papel de pergamino de celulosa, puro y no barnizado), que eventualmente puede estar recubierta de una película de resina vinílica, etilcelulosa, resina poliuretánica o teflón.

15. Las plastas de estamper, eventualmente filtradas, se aplican al material de soporte, por ejemplo, mediante rociadura, espatulado o más convenientemente estampación, por lugares o en toda la superficie. También puede aplicarse al material de soporte un dibujo policromo o estamperlo consecu-

tivamente en un tono de fondo y a continuación con dibujos iguales o diferentes. Después de la aplicación de la pasta de estampar al material de soporte, se seca éste, por ejemplo valiéndose de una corriente de aire caliente o de irradiación infrarroja.

- 5.
- Los materiales de soporte pueden también estar estampados por ambos lados, y en tal caso pueden elegirse para cada lado colores y/o dibujos desiguales. Para evitar el empleo de una máquina estampadora, las pastas de estampar pueden rociarse sobre los materiales de soporte por medio de una pistola rociadora, por ejemplo. Se obtienen efectos muy interesantes si se estampa o rocía al mismo tiempo más de un matiz sobre el material de soporte. Pueden obtenerse así, por ejemplo mediante el empleo de plantillas, dibujos determinados o, mediante el pincel, dibujos artísticos. Si se imprime el material de soporte, es posible usar los métodos de impresión más diversos, como alto relieve (por ejemplo, imprenta, impresión flexo), bajo relieve (por ejemplo, impresión con rodillos), serigrafía (por ejemplo, impresión rotativa, impresión con película) o métodos de impresión electrostática.
- 10.
- 15.
- 20.

La transferencia se realiza de la manera ordinaria, por acción del calor. Para ello los materiales de soporte tratados se ponen en contacto con los materiales textiles que se han de estampar y se mantienen a unos 120 a 210° C hasta que los colorantes conformes a la definición aplicados al material de soporte se han transferido al material textil. Bastan para esto normalmente de 5 a 60 segundos.

25.

La acción térmica puede aplicarse de varias formas conocidas; por ejemplo, por paso de un tambor calefactor ca-

liente, por paso de una zona calefactora en forma de túnel o por medio de un rodillo caldeado, con ventaja en presencia de un rodillo antagonista que ejerza presión, caldeado o no caldeado, o por medio de una calandria caliente, o también

5. por medio de una placa caldeada, eventualmente en vacío, que se han caldeado previamente a la temperatura necesaria por medio de vapor, de aceite, de rayos infrarrojos o de microondas o que se hallan en una cámara calefactora precaldeada.

- Terminado el tratamiento térmico, se separa del soporte el material estampado. Este no necesita ningún tratamiento ulterior: ni tratamiento con vapor, para filar el colorante, ni lavado, para mejorar las propiedades de solidez.
- 10.

- Los nuevos preparados acuosos de aclarador óptico hallan empleo, preferentemente y con ventaja después de la dilución con agua, para la aclaración óptica de materiales textiles por los métodos, por ejemplo, de extracción de extracción a temperatura alta y de fulardeo térmico. Eventualmente pueden añadirse, para la estabilización del baño y/o para lograr efectos de carrier, otros dispersantes apropiados u otros agentes auxiliares.
- 15.
- 20.

- En calidad de materiales entran en cuenta los más diversos materiales textiles, como, por ejemplo, materiales de poliéster, poliamida, poliacrilonitrilo, acetato de celulosa y triacetato de celulosa, y estos materiales pueden hallarse en los más diversos estadios de elaboración. Es posible además utilizar estos preparados para componer pastas de estamper destinadas, ya sea a la aclaración convencional, de materiales textiles en particular, ya sea a la impresión de materiales de soporte, como especialmente papel, los cuales
- 25.

a su vez se emplean en el método de estampación por transferencia sobre materiales textiles.

Otro uso de los preparados de aclarador óptico conformes a este invento es, por último, la aclaración de masas para hilar.

Los ejemplos que siguen ilustran el invento sin limitarlo a ellos. Las partes significan partes en peso y las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

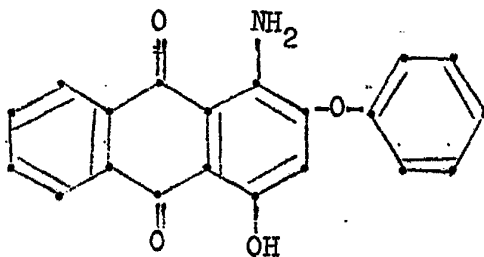
A. CONFECCION DE LOS PREPARADOS

10.

Ejemplo 1

En una solución previamente preparada de 25 partes de un dispersante anionactivo (sodio naftalinsulfónico condensado con formaldehído), 10 partes de un éter poliglicólico de alcohol graso como dispersante no ionógeno (alcohol cetílico y estearílico eterificado con 25 moles de óxido de etileno), 10 partes de solución acuosa de formalina al 35 %, 100 partes de 1,2-propilenglicol como anticongelante y 118 partes de urea como estabilizador hidrotropo, en 147 partes de agua, se introducen despacio y con agitación intensa (disolutor o mezcladora Lödige) 500 partes del colorante seco, groseramente cristalino, de la fórmula

25.



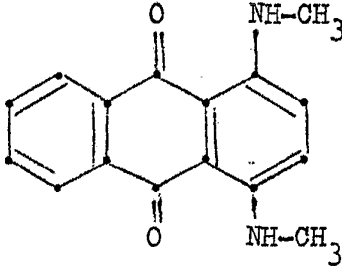
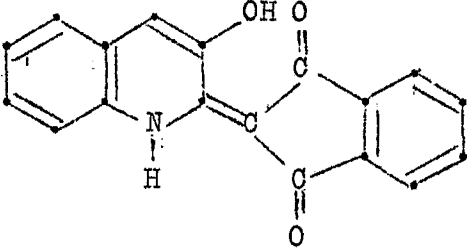
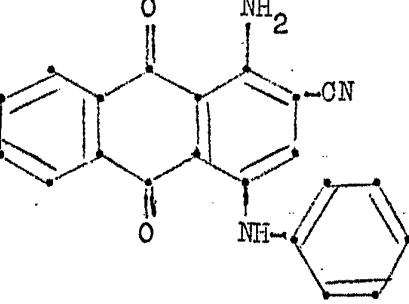
y durante una hora se homogeneiza y desairea.

- Esta dilución de colorante al 55 % se muele luego en un molino de arena, o de preferencia en un molino de perlas cerrado, mediante arena de Ottawa o respectivamente bolas de silicuarcita (1 mm de diámetro), durante unas 10 horas, a temperatura de 20 a 50°. Después de este tiempo se obtiene una dispersión en la que la mayoría de las partículas son menores de 5 micras. Por adición de otras 90 partes de agua, que si es preciso contiene como espesante una porción en peso predeterminada de carboximetilcelulosa, con el fin de llevar la viscosidad final a la cota ideal de las 500 a 1000 centipoises (viscosímetro Brookfield; 30 r.p.m.), se diluye hasta el 50 % de contenido de colorante la dispersión finamente molido. (Rendimiento: 1000 partes).

15. La preparación acuosa, de libre derrame, se mantiene completamente inalterada aún después de varios meses de almacenamiento y resiste sin perjuicio temperaturas de -15° a +40°.

20. Si en vez del colorante que se ha indicado, del dispersante anionactivo, del dispersante no ionógeno y del agente hidrotropo mencionados se emplean partes iguales de los componentes que se reseñan en la Tabla I que sigue, procediendo en lo demás tal como se ha expuesto se obtienen igualmente preparados de colorante acuosos estables en el almacenamiento, de libre derrame y con propiedades análogas, cuyo contenido de colorante y respectivo tiempo de molturación están determinados por el colorante y se hallan entre 40 y 60 % en peso y respectivamente 5 a 10 horas.

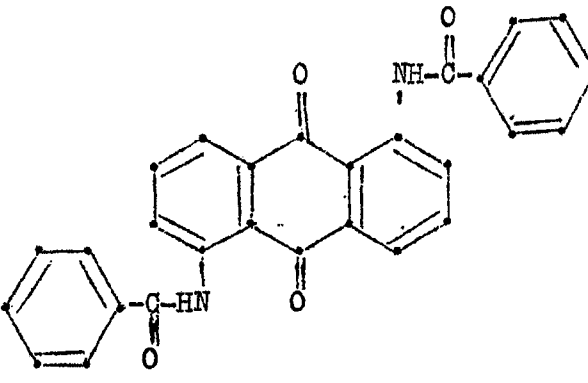
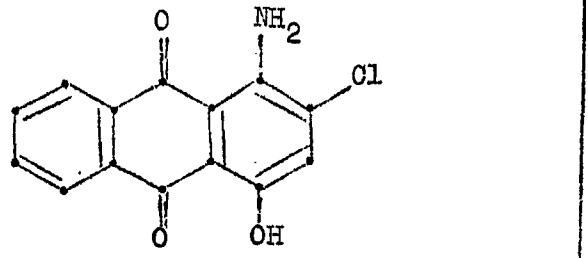
Tabla I

Ejemplo nº	Colorante	Dispersante anionactivo	Dispersante no ionógeno	Agente hidrotropo
2		sulfonato de lignina	éter poliglicólico de alcohol graso (alcohol esteárico y oleílico etarificado con 80 moles de óxido de etileno)	acetamida
3		polifosfato (Calgon (R))	éter fenólico (p-nonilfenol etarificado con 9 moles de óxido de etileno)	urea
4		producto de condensación de unos 2 moles de ácido naftalinsulfónico y 1 mol de formaldehído	mezcla de 6 partes de éster de ácido ricinólico con 15 moles de óxido de etileno con 1 parte de éter poliglicólico de alcohol graso (alcohol cetílico y esteárico etarificado con 25 moles de óxido de etileno)	acetamida

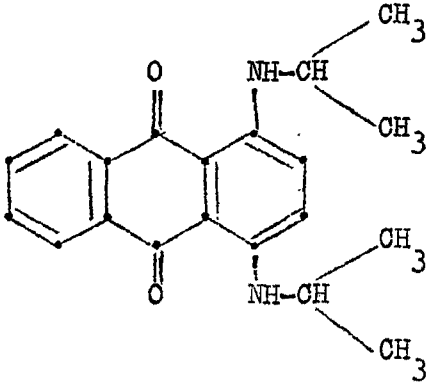
Continuación de la Tabla I

Ejemplo nº	Colorante	Dispersante anionactivo	Dispersante no ionógeno	Agente hidrotropo
5		<p>producto de condensación de ácido naptalinsulfónico, formaldehído y ácido bencensulfónico</p>	<p>éster poliglicólico de alcohol graso oleílico ete- rificado con 20 moles de óxido de etileno)</p>	<p>acetamida</p>
6		<p>sulfonato de lignina</p>	<p>alcohol hidroabiético eterificado con 25 moles de óxido de etileno</p>	<p>dimetilurea</p>
7		<p>mezcla de 1 parte del producto de condensación de cresol brutílico y este, formaldehído y ácido naptalinsulfónico con 1 parte de lignina</p>	<p>éster poliglicólico de alcohol graso ce- tarílico eterificado con 25 moles de óxido de etileno)</p>	<p>dimetilurea</p>

Continuación de la Tabla I

Ejemplo nº	Colorante	Dispersante anionactivo	Dispersante no ionógeno	Agente hidrotropo
8		<p>producto de condensación de 2 moles de ácido naftalinsulfónico y 1 mol de formaldehído (pobre en sal)</p>	<p>éter poliglicólico de alcohol graso (alcohol cetílico y estearílico eterificado con 25 moles de óxido de etileno)</p>	<p>urea</p>
9	<p>mezcla de los colorantes (% = % en peso):</p> <p>del Ejemplo 1 38 %</p> <p>del Ejemplo 2 47,5 %</p> <p>del Ejemplo 3 14,5 %</p>	<p>producto de condensación de unos 2 moles de ácido naftalinsulfónico y 1 mol de formaldehído</p>	<p>éter poliglicólico de alcohol graso (alcohol cetílico y estearílico eterificado con 25 moles de óxido de etileno)</p>	<p>urea</p>
10		<p>producto de condensación de unos 2 moles de cresol, 0,2 moles de ácido 2-naften-6-sulfónico y 3 moles de formaldehído</p>		<p>cloruro de guanidina</p>

Continuación de la Tabla I

Ejem- plo nº	Colorante	Dispersante aniónactivo	Dispersante no iónógeno	Agente hidro- tropo
11		ácido poli- -2-naftil- metan-sul- fónico		N-meti- laceta- mida

Ejemplo 12

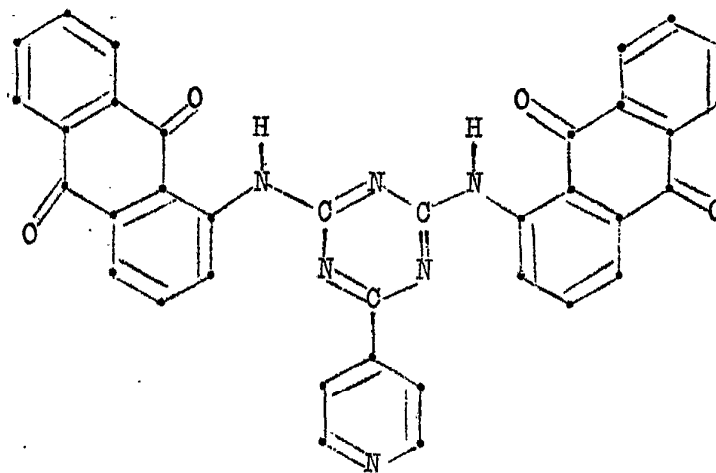
- Se deslién 500 partes de la torta de prensa, seca y pulverizada, de dicloro-indantrona en una solución de 130 partes de urea, 10 partes de sodio dinaftilmetansulfónico y
5. 20mpartes de unproducto de condensación de alcohol estearílico y cetílico con 25 moles de óxido de etileno en 100 partes de monopropilenglicol y 240 partes de agua y se muele, con adición de 2000 partes de bolas de vidrio de 1 mm de diámetro, hasta que el tamaño de las partículas es prácticamente de 1 a 2 micras. Luego se separa de las bolas el preparado.
- 10.

Se obtiene un preparado de colorante estable en el almacenamiento y de libre derrame.

Ejemplo 13

15. 500 partes del colorante bruto de la fórmula

5.



10.

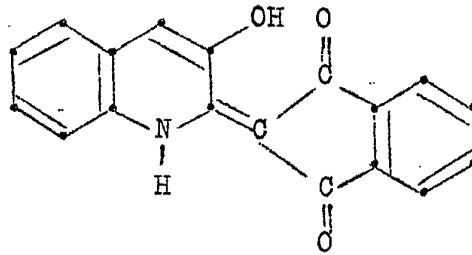
se muelen con 2000 partes de arena junto con una solución de un producto de condensación de ácido naftalinsulfónico y formaldehído, 20 partes del producto de la reacción de p-nonilfenol y 9 moles de óxido de etileno, 130 partes de urea, 100 partes de etilenglicol y 370 partes de agua, hasta que el tamaño de las partículas es de 1 a 2 micras, y entonces se separa de la arena el producto.

20. Resulta un preparado de colorante estable y derramable.

Ejemplo 14

Con agitación intensa (disolutor o mezcladora Lédige) se introducen despacio 480 partes del colorante seco, groseramente cristalino de la fórmula

25.



5.

10. en una solución preparada de antemano de 24 partes de un dispersante anionactivo (sodio naftalinsulfónico condensado con formaldehído), 10 partes de un éter poliglicólico de alcohol graso (alcohol cetílico y estearílico eterificado con 25 moles de óxido de etileno), como dispersante no ionógeno, 10 partes de solución acuosa de formalina al 35 %, 100 partes de 1,2-propilenglicol, como anticongelante, y 124 partes de urea, como estabilizador hidrotropo, en 172 partes de agua y se homogeneiza y desairea durante una hora aproximadamente.

15.

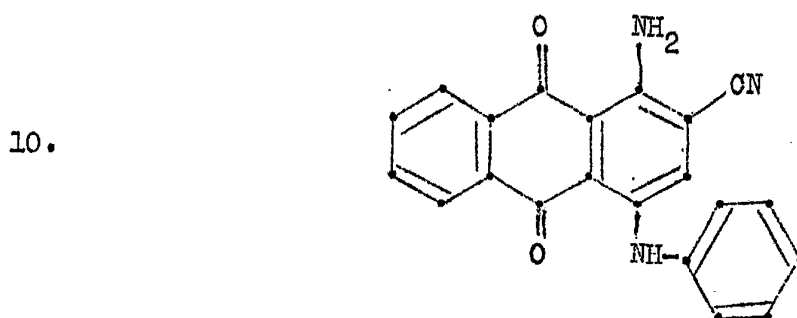
20. La dilución de colorante, al 52 % aproximadamente, se muele luego en un molino de bolas, o preferentemente en un molino de perlas cerrado, por medio de arena de Ottawa o respectivamente de bolas de silicuarcita (1 mm de diámetro), durante unas 10 horas y a temperatura de 20 a 50°. Al cabo de este tiempo se obtienen una dispersión cuyas partículas son en su mayoría inferiores a 5 micras. Por adición de otras 80 partes de agua, que si es preciso contienen como espesante una porción en peso predeterminada de carboximetilcelulosa, para llevar la viscosidad final a la zona ideal de las 500 a 1000 centipoises (viscosímetro Brookfield; 30 r.p.m.), se diluye hasta un contenido de colorante del 48 % la dispersión finamente molida. (Rendimiento: 1000 partes). La preparación

25.

acuosa, de libre derrame, se mantiene completamente inalterada aún durante varios meses de almacenamiento y resiste temperaturas de -15° a $+40^{\circ}$ sin perjuicio.

Ejemplo 15

5. 400 partes del colorante seco, groseramente cristallino, de la fórmula



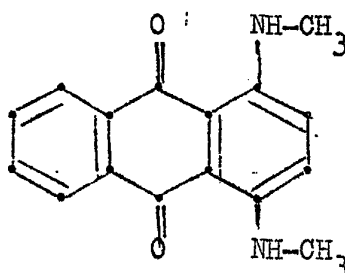
15. se introducen despacio y con agitación intensa (disolutor o mezcladora Lödige) en una solución preparada de antemano de 20 partes de un dispersante anionactivo (sodio naftalinsulfónico condensado con formaldehído), 20 partes de un éster poliglicólico de alcohol graso (alcohol cetílico y estearílico esterificado con 25 moles de óxido de etileno), como dispersante no ionógeno, 10 partes de solución acuosa de formalina al 35 %, 100 partes de 1,2-propilenglicol, como anticongelante, y 150 partes de urea, como estabilizador hidrotropo, en 190 partes de agua y se homogeneiza y desairea durante una hora aproximadamente.

25. Esta dilución de colorante, al 45 %, se muele luego en un molino de arena, o de preferencia en un molino de perlas cerrado, por medio de arena de Ottawa o respectivamente de bolas de silicuarcita (1 mm de diámetro), durante unas 10 horas y a temperatura de 20 a 50° . Al cabo de este tiempo

- se obtiene una dispersión cuyas partículas tienen en su mayoría menos de 5 micras. Por adición de 110 partes más de agua, que si es preciso contienen una porción en peso prede-
5. terminada de carboximetilcelulosa como espesante, para llevar la viscosidad final a la zona ideal de las 500 a 1000 centipoises (viscosímetro Brookfield; 30 r.p.m.), se diluye hasta 40 % de contenido de colorante la dispersión finamente molida (= 1000 partes). La preparación acuosa, de libre
10. derrame, se mantiene completamente inalterada aún durante varios meses de almacenamiento y resiste temperaturas de -15° a $+40^{\circ}$ sin detrimento.

Ejemplo 16

- Con agitación intensa (disolutor o mezcladora L8-
dige), se introducen despacio 482 partes del colorante seco,
15. groseramente cristalino, de la fórmula



20. en una solución preparada de antemano de 20 partes de un dispersante anionactivo (sodio naftalinsulfónico condensado con formaldehído), 15 partes de un éter poliglicólico de alcohol
25. graso (alcohol cetílico y estearílico eterificado con 25 moles de óxido de etileno), como dispersante no ionógeno, 10 partes de solución acuosa de formalina al 35 %. 100 partes de 1,2-propilenglicol, como anticongelante, y 120 partes de urea, como estabilizador hidrotropo, en 145 partes de agua y

se homogeneiza y desairea durante una hora aproximadamente.

- Luego se muele esta dilución de colorante, al 54%, en un molino de arena, o preferentemente en un molino de perlas cerrado, por medio de arena de Ottawa o respectivamente
5. de bolas de silicuarcita (1 mm de diámetro), durante unas 10 horas y a temperatura de 20 a 50°. Al cabo de este tiempo se obtiene una dispersión cuyas partículas son predominantemente menores de 5 micras. Por adición de otras 108 partes de agua, que si es preciso contienen una porción en peso determinada de carboximetilcelulosa como espesante, para llevar la viscosidad final a la zona ideal de las 500 a 1000 centipoises (viscosímetro Brookfield; 30 r.p.m.), se diluye hasta 48,2 % de contenido de colorante la dispersión finamente molida. La
10. preparación acuosa, de libre derrame, se mantiene completamente inalterada aún después de muchos meses de almacenamiento y resiste temperaturas de -15° a +40° sin detrimento.
- 15.

Ejemplo 17

Se homogeneizan en un caldero agitador:

- 150 partes de una dispersión de amarillo según el Ejemplo 14,
20. 350 partes de una dispersión de rojo según el Ejemplo 1,
- 300 partes de una dispersión de azul según el Ejemplo 15 y
25. 200 partes de una dispersión de azul según el Ejemplo 16.

Se originan 1000 partes de una formulación de negro que presenta una viscosidad en la zona de las 500 a las 1000 centipoises (viscosímetro Brookfield; 30 r.p.m.).

La papilla acuosa, muy concentrada y de derrame libre, se mantiene completamente inalterada aún después de muchos meses de almacenamiento y resiste sin detrimento temperaturas de -15° a $+40^{\circ}$.

5.

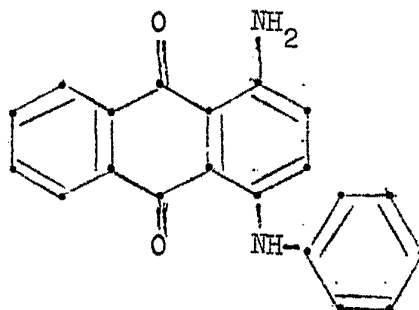
Ejemplo 18

En una solución preparada de antemano de 10 partes de un dispersante anionactivo (sodio naftalinsulfónico condensado con formaldehído), 20 partes de un éter poliglicólico de alcohol graso, como dispersante no ionógeno (alcohol cetílico y estearílico esterificado con 25 moles de óxido de etileno), 10 partes de solución acuosa de formalina al 35 %, 100 partes de 1,2-propilenglicol, como anticongelante, y 137 partes de urea, como agente estabilizador hidrotropo, en 205 partes de agua se introducen despacio y con agitación intensa (disolutor o mezcladora Lödige) 445 partes del colorante seco, groseramente cristalino, de la fórmula

10.

15.

20.



25.

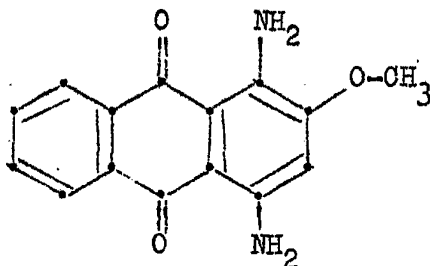
y se homogeneiza y desairea durante una hora aproximadamente. Luego se muele esta dispersión de colorante, al 48 %, en un molino de afena, o preferentemente en un molino de perlas cerrado, por medio de arena de Ottawa o respectivamente de bolas de silicuarcita (1 mm de diámetro), durante unas 10 horas y a temperatura de 20 a 50° . Al cabo de este

- tiempo se obtiene una dispersión en la que la mayoría de las partículas son menores de 5 micras. Por adición de otras 73 partes de agua, que si es preciso contienen una porción en peso predeterminada de carboximetilcelulosa como espesante,
5. para llevar la viscosidad final a la zona ideal de las 500 a las 1000 centipoises (viscosímetro Brookfield; 30 r.p.m.), se diluye hasta 44,5 % de contenido de colorante la dispersión molida finamente (= 1000 partes). La preparación acuosa, de libre derrame, se mantiene completamente inalterada aún
10. después de varios meses de almacenamiento y resiste sin detrimento temperaturas de -15° a $+40^{\circ}$.

Ejemplo 19

- En una solución preparada de antemano de 5 partes de un dispersante anionactivo (sodio naftalinsulfónico condensado con formaldehído) 20 partes de éter poliglicólico de alcohol graso (alcohol cetílico y estearílico eterificado con 25 moles de óxido de etileno), como dispersante no ionógeno
15. 10 partes de solución acuosa de formalina al 35 %, 100 partes de 1,2-propilenglicol, como antioongelante, y 150 partes
20. de urea, como estabilizador hidrotropo, en 222 partes de agua, se introducen despacio y con agitación intensa (disolutor o mezcladora Lödige) 415 partes del colorante seco, groseramente cristalino de la fórmula

25.



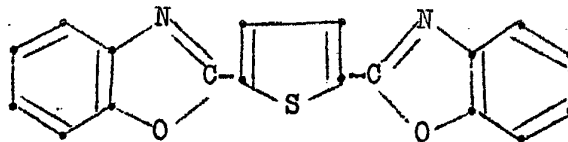
y se homogeneiza y desairea durante una hora aproximadamente.

- Luego se muele esta dispersión de colorante, al 45 %, en un molino de arena, o preferentemente en un molino de perlas cerrado, por medio de arena de Ottawa o respectivamente de bolas de silicuarcita (1 mm de diámetro), durante unas 10 horas y a temperatura de 20 a 50°. Al cabo de este tiempo se obtiene una dispersión en la que la mayoría de las partículas son menores de 5 micras. Por adición de otras 78 partes de agua, que si es preciso contienen una porción en peso previamente determinada de carboximetilcelulosa como espesante, para llevar la viscosidad final a la zona ideal de las 500 a las 1000 centipoises (viscosímetro Brookfield; 30 r.p.m.), se diluye hasta el 41,5 % de contenido de colorante la dispersión finamente molida (= 1000 partes). La preparación acuosa, de libre derrame, se mantiene completamente inalterada aún después de muchos meses de almacenamiento y resiste sin detrimento temperaturas de -15° a +40°.

Ejemplo 20

- En una solución de 17 partes de un dispersante anio- nactivo (formaldehído, condensado con sodio naftalinsulfónico) y 125 partes de urea, como agente hidrotropo, en 230 partes de agua y 50 partes de monopropilenglicol, se introducen despacio y con agitación intensa 500 partes de la substancia activa, seca y pura, del aclarador óptico de la fórmula

25.

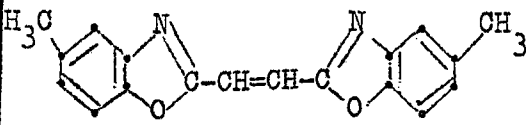
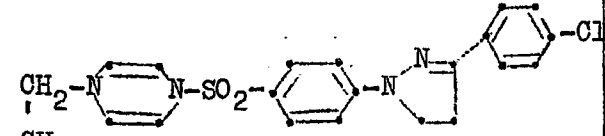
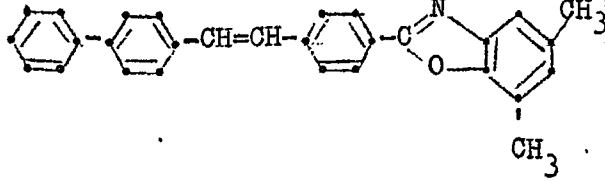


- y se homogeneiza y desairea durante una hora aproximadamente. Luego se muele esta dispersión, al 53 % aproximadamente, durante unas 4 horas en un molino de bolas con agitador, cerrado (molino DYNO, tipo KDL), empleando bolas de silicuarcita
5. de 1 mm de diámetro. Al cabo de dicho tiempo se obtiene una dispersión cuyo tamaño de partículas es inferior a 3 micras. Por adición de 50 partes más de monopropilenglicol, 10 partes de solución de formalina al 35 % y 18 partes de un éter poliglicólico de alcohol graso (alcohol cetílico y estearílico
10. eterificado con 25 moles de óxido de etileno), como dispersante no ionógeno, se diluye la masa molida hasta 1000 partes y se la homogeneiza durante 15 minutos. Eventualmente se añade todavía un desespumante. Luego se separa de los cuerpos de molturación, con lo cual se obtiene un preparado acuoso de libre derrame, con un contenido de sustancia activa
15. de 50 % en peso aproximadamente. La preparación es poco viscosa (< 100 centipoises a 20°). Se recomienda por lo tanto tixotropar ligeramente por introducción en molienda de \leq 0,75 % de Aerosil 200 (Degussa) la dispersión fluida (viscosidad final: 500 a 800 centipoises a 20°), con lo que se
20. evita ampliamente la deposición aún después de muchos meses de almacenamiento.

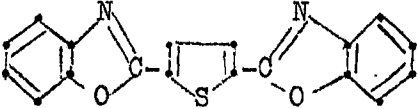
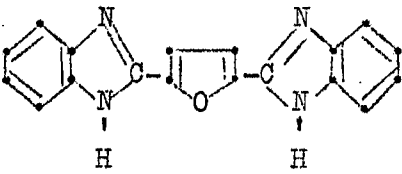
- Si en lugar del aclarador óptico, del dispersante anionactivo, del dispersante no ionógeno y del agente hidrotropo que se han indicado se emplean las mismas partes de
25. los componentes reseñados en la Tabla II que sigue y se procede en lo demás tal como se ha expuesto, se obtienen igualmente dispersiones acuosas de aclarador óptico libremente derramables, de almacenamiento estable y con propiedades aná-

logas, cuyo contenido de substancia activa y el tiempo de molturación respectivo están determinados por la textura del aclarador cristalino, el tipo de molino y la naturaleza de los cuerpos de molturación utilizados y se hallan entre 5. 40 y 60 % en peso y respectivamente entre 3 y 15 horas.

Tabla II

Ejemplo nº	Aclarador óptico	Dispersante anionactivo	Dispersante no ionógeno	Agente hidrotropo
21		<p>Mezcla sulfónica sulfonada, a base de fenol y naptalina, parcialmente condensados con formaldehido</p>	<p>Eter poliglicólico de alcohol graso (alcohol estearílico y cetílico eterificado con 80 moles de óxido de etileno)</p>	<p>urea</p>
22		<p>Producto de la condensación de unos 2 moles de ácido naptalinsulfónico y 1 mol de formaldehido</p>	<p>"</p>	<p>"</p>
23		<p>"</p>	<p>"</p>	<p>N-metilacetamida</p>

Continuación de la Tabla II

Ejemplo nº	Aclarador óptico	Dispersante anionactivo	Dispersante no ionógeno	Agente hidrotropo
24		pirofosfato tetrapotásico	alcohol hidroabietílico eterificado con 25 moles de óxido de etileno	dimetilurea
25	Como en el Ejemplo 23	polifosfato (Calgon (R))	éter fenólico (p-nitrofenol eterificado con 9 moles de óxido de etileno)	urea
26	como en el Ejemplo 21	Hexametafosfato sódico (NaPO ₃) ₆ · 12-13 Na ₂ O	éter poliglicólico de alcohol de alcohol graso (alcohol olefílico eterificado con 80 moles de óxido de etileno)	acetamida
27		producto de la condensación de formaldehído con ácido naftalinsulfónico	éter poliglicólico de alcohol graso (alcohol cetílico y estearílico eterificado con 25 moles de óxido de etileno)	dimetilurea

Continuación de la Tabla II

Ejemplo nº	Aclarador óptico	Dispersante anionactivo	Dispersante no ionógeno	Agente hidrotropo
28	como en el Ejemplo 22	mezcla de 1 parte del producto de condensación de cresol bruto, formaldehído y ácido naftalinsulfónico con 1 parte de sulfonato de lignina	alcohol hidroabietílico eterificado con 25 moles de óxido de etileno	N-metilacetamida

B. APLICACION DE LOS PREPARADOS

Ejemplo 29

- Por dilución de un preparado de colorante compuesto según los Ejemplos 1 a 7 ó 9 en una solución acuosa de
5. poliacrilato, mediante agitación intensa, se obtienen colores para estampación. Con estos colores para estampación puede imprimirse papel por el método de la impresión rotativa con película. El papel así impreso puede luego emplearse en el
 10. método de estampación por transferencia, preferentemente en el uso sobre materiales textiles de poliéster, con lo cual se obtienen estampados de perfiles nítidos y colorido intenso.

Ejemplo 30

15. Se dispersan por agitación 100 partes del preparado según el Ejemplo 8 en 1900 partes de agua. Con el líquido así obtenido se impregna un tejido de algodón mercerizado, se le exprime hasta un incremento de peso del 60 % y se le seca en corriente de aire caliente.

- A continuación se impregna el tejido, a temperatura de 20°, en una solución acuosa que contiene por litro 20 partes de hidróxido sódico y 40 partes de ditonito sódico, se le exprime hasta el 60 % de incremento de peso, se le vaporiza durante 30 segundos en el vaporizador exento de aire y se le acaba de la manera ordinaria por oxidación, enjuague, enjabonamiento y secado.
- 5.

Resulta una tintura amarilla vigorosa y sólida, de excelente igualdad.

10.

Ejemplo 31

- Se diluyen con 1900 partes de agua 100 partes del preparado según el Ejemplo 3. Con la dispersión resultante se impregna un género de punto de poliéster, que luego se exprime hasta el 50 % de incremento de peso, se seca en corriente de aire caliente y se termofija suplementariamente a 200° durante 60 segundos. A continuación se enjuaga y seca la tintura amarilla obtenida, que se distingue por un aspecto igual y discreto y muy buenas propiedades de solidez.
- 15.

Ejemplo 32

- Se diluyen 100 partes de cada uno de los preparados de colorante según los Ejemplos 3 y 8 con 1800 partes de agua, se impregna en la dilución un tejido mixto de partes iguales de poliéster y algodón, se le exprime hasta el 60 % de incremento de peso, se le seca, se le termofija durante 60 segundos a 200°, se le impregna en un baño acuoso que contiene por litro 20 partes de hidróxido sódico y 40 partes de ditonito sódico, se le vaporiza durante 60 segundos, se le oxida, se le enjuaga, se le enjabona y se le seca. Se obtiene una tintura tono-en-tono amarilla, igual, de muy buenas propiedades
- 20.
- 25.

de solidez y con aspecto discreto.

Ejemplo 33

5. Se prepara una pasta de estampar desliendo 15 partes de un preparado de colorante según el Ejemplo 1 en 85 partes de una solución acuosa al 2,5 % de un espesante de alginato sódico como espesamiento generatriz.

10. Se aplica esta pasta de estampar, de unas 8000 centipoises, a papel, valiéndose de un dispositivo de huecogrado. El papel asinimpreso puede utilizarse para el método de transferencia, por ejemplo sobre géneros textiles de poliéster. Resultan estampados iguales, nítidos y de gran intensidad de color.

15. Es notable aquí que la viscosidad del espesamiento generatriz, cuya constancia es muy importante para el buen resultado de la estampación, no se altera más que en grado muy insignificante a pesar de la gran cantidad de colorante introducida por dilución.

20. Si en lugar del colorante y del espesamiento generatriz que se han indicado se utilizan los de la Tabla III que sigue, en las cantidades que en ésta se señalan, se obtienen igualmente pastas de estampar que pueden utilizarse sobre papel u otros soportes intermedios apropiados ya sea para la impresión plana con película, la impresión rotativa con película, el huecogrado o la impresión en relieve, ya sea
25. para otros procedimientos de estampación o impresión adecuados, como rociadura, pulverización a pistola, enrasado, etc.

Tabla III

Ejem plo Nº	Preparado colorante	Espesamiento generatriz
34	15 partes según el ejemplo 2	85 partes de solución acuosa al 2,5 % de deriva- do aniónico y débilmente alcalino de flor de harina
35	15 partes según el Ejemplo 3	85 partes de solución acuosa al 2 % de harina de guar despolimerizada, neutra y no ionógena
36	15 partes según el Ejemplo 4	85 partes de solución acuosa al 2 % de harina de pepitas de algarroba hidroxietilada, neutra y no ionógena
37	15 partes según el Ejemplo 5	85 partes de una emulsión de aceite-en-agua con 1,5 % de éter de flor de harina
38	15 partes según el Ejemplo 6	85 partes de solución acuosa al 8 % de espesante de éter de flor de harina, neutro y no ionógeno
39	15 partes según el Ejemplo 7	85 partes de solución acuosa al 2,5 % de espesan- te de éter de flor de harina, alcalino y aniónico
40	15 partes según el Ejemplo 9	85 partes de solución acuosa al 3,5 % de una mez- cla de éter de flor de harina y éter de almidón
41	15 partes según el Ejemplo 1	85 partes de solución acuosa al 5 % de éter de almidón aniónico y débilmente alcali- no
42	15 partes según el Ejemplo 2	85 partes de solución acuosa al 2 % de carboxi- metilcelulosa
43	15 partes según el Ejemplo 3	85 partes de solución acuosa al 1,25 % de hidro- xietilcelulosa
44	15 partes según el Ejemplo 4	85 partes de solución acuosa al 0,8 % de solu- ción acuosa de un ácido poliacrílico macropolímero
45	15 partes según el Ejemplo 5	85 partes de solución acuosa al 6 % de pasta de polimerizado espesante, autorreti- culante, a base de acrilato
46	15 partes según el Ejemplo 6	85 partes de solución acuosa al 6 % de una pasta de polimerizado mixto a base de ácido maleico

Continuación de la Tabla III

Ejemplo nº	Preparado colorante	Espesamiento generatriz
47	15 partes según el Ejemplo 7	85 partes de solución acuosa al 6 % de éter de flor de harina con ácido silícico coloidal
48	15 partes según el Ejemplo 9	85 partes de solución acuosa al 10 % de carboximetilcelulosa con contenido de lignina
49	15 partes según el Ejemplo 1	85 partes de una emulsión de agua-en-aceite con alginato sódico como coloide protector

Ejemplo 50

- Las pastas de estampar obtenidas según los Ejemplos 33 a 49 pueden estamparse y secarse sobre materiales textiles a base de poliéster, triacetato de celulosa, poliamida o poliacrilonitrilo y fijarse según los métodos usuales para las diversas fibras. Si se desea, pueden añadirse a estas pastas de estampar otros suplementos todavía, para mejor fijación.

Ejemplo 51

10. Es posible mezclar entre sí, siempre que los espesantes correspondientes lo permitan, las pastas de estampar obtenidas según los Ejemplos 33 a 49, para lograr efectos especialmente deseados, como igualdad, rendimiento de colorante y propiedades de deslizamiento.

Ejemplo 52

15. Se diluyen 100 partes del preparado de colorante según el Ejemplo 8 con 150 partes de agua y se deslía la dilución en 750 partes de un espesamiento constituido por 60 partes de una solución acuosa de éter de almidón al 10 %,

10 partes de glicerina, 17 partes de potasa, 4 partes de agua y 9 partes de sulfoxilato sódico.

El color para estampar así obtenido se estampa por medio de plantillas sobre un tejido de algodón de 120 g/m^2 ,

5. que se ha tratado previamente de la manera normal, para la estampación, se seca y luego se vaporiza a temperatura de 100 a 105° durante 10 minutos, con exclusión del aire, y a continuación se lava. Resulta un estampado nítido de color subido.

10.

Ejemplo 53

Se prepara la formulación siguiente: 30 partes de un derivado de harina de pepitas de algarroba, mezcladas con 420 partes de agua y desleídas con una solución de 500 partes de agua y 50 partes de éter de almidón. En 7 partes de esta

15. formulación se añaden en el agitador rápido 1 parte del preparado de colorante según el Ejemplo 8, 1 parte de agua y 1 parte de una bencina para lacas de punto de ebullición alto; se estampa sobre un tejido de celulosa-viscosa con un peso superficial de 250 g/m^2 , por medio de rodillos de huecograba-

20.

do, y se seca. A continuación se empapa el tejido con una solución acuosa que contiene 40 partes de NaOH, 65 partes de ditionito sódico, 15 partes de bórax y 880 partes de agua, se exprime hasta 100 % de incremento de peso y se fija a 120° , durante 35 segundos, en una vaporizadora exenta de aire. A

25.

continuación se enjuaga en frío y en caliente y se seca. Resulta un estampado vigoroso y nítido, de matiz amarillo.

Ejemplo 54

Se incorporan 150 partes del preparado de colorante según el Ejemplo 8 en 850 partes de una dispersión-solución

- de cuerpos termoplásticos y se aplica la mezcla a un papel rayado, por el método de huecograbado. Después de secado y eventualmente almacenamiento, se pone en contacto el papel, bajo presión, durante 2 a 10 segundos y a 200°, con un tejido de algodón de 120 g/m² de peso superficial, preparado antes normalmente para la estampación. El colorante transferido se fija luego de manera análoga a la de la fijación en el Ejemplo 53, por medio de una solución de NaOH y ditionito sódico, y se acaba. El resultado es un estampado vigoroso, igual y de color amarillo, que reproduce exactamente las finezas del grabado.

Ejemplo 55

- Se deslíen 100 partes del preparado de colorante según el Ejemplo 8 en 900 partes de la preparación que se describe a continuación, y se aplica la dilución, por cualquier método de estampación, a un artículo textil, que puede ser de fibras naturales, regeneradas o totalmente sintéticas. Después de secar, se trata en aire caliente durante 5 a 10 minutos, a temperatura de 140 a 150°. Se obtiene un estampado de matiz subido.

La preparación se compone de la manera siguiente:

- Se mezclan
- 40 partes de agua,
 - 10 partes de éter alquilpoliglicólico condensado y
 - 30 partes de una solución acuosa de éter de flor de harina al 3 %,
- se incorporan a continuación
- 690 partes de bencina pesada (intervalo de ebullición: 120 a 180°) en el agitador rápido,

luego

30 partes de una solución acuosa de fosfato diamónico al 30 %

y por último

5. 200 partes de una dispersión de resina sintética al 40 %, a base de un polimerizado mixto autorreticulante hecho de acrilato.

Ejemplo 56

10. Se deslién 50 partes del preparado de colorante según los Ejemplos 12 ó 13 en 950 partes de agua. Se añaden todavía 7 partes de acetato sódico y se fulardea en esta dispersión un tejido de algodón. Se exprime éste hasta el 70 % de retención de líquido, se le seca a 110° en un secador de cilindro, se le revela por fulardeo en un baño acuoso con 30 g/litro de hidrosulfito sódico y 60 g/litro de lejía 10 N de
15. sosa cáustica, se le vaporiza durante 60 segundos, se enjuaga, se oxida, se lava, se enjabona y se seca la tintura. Resulta una tintura azul discreta, igual en la superficie y en los lados. Se obtienen también resultados igualmente buenos por el método de estampación en dos fases.
- 20.

Ejemplo 57

25. Se deslién en unas 30.000 partes de agua que contienen 30 partes de un acelerador de la fijación (producto de oxietilación no ionógeno) 3 partes de una formulación de aclarador hecha según el Ejemplo 21. En el baño así obtenido, puesto en un aparato tintóreo que permite temperaturas superiores a 100°, se tratan 1000 partes de un tejido de hebra de poliéster (Dacron 54) (relación de líquido: 1:30), procediendo así:

- Se lleva la temperatura del baño hasta 120° en el curso de 30 minutos. Se continúa tratando el tejido a 120° durante 30 minutos más y se enfría el baño, en el curso de 10 minutos, hasta 70°. Luego se enjuaga en frío el tejido de poliéster y se le seca.
- 5.

El tejido así tratado presenta, respecto a un tejido no tratado, un incremento del grado de blancura de 150 unidades de la escala de blanco CIBA-GEIGY (véase: CIBA-GEIGY Rundschau 1973/1, páginas 10 a 25).

10. Ejemplo 58

- Se deslíen en 1000 partes de agua 4 partes de una formulación de aclarador hecha según el Ejemplo 23 y 1 parte de un humectante corriente en el comercio. Con el líquido de fulardeo así obtenido se fulardea una pieza de tejido de hebra de poliéster (Dacron 54) de manera que la absorción de líquido sea el 70 % del peso del género, Se seca a 80° durante 10 minutos la pieza de poliéster así tratada y a continuación se la termofija a 200° en un aparato termofijador, durante 30 segundos. Esta pieza presenta, respecto a un tejido no tratado, un incremento del grado de blancura de 160 unidades de la escala de blanco CIBA-GEIGY.
- 15.
- 20.

Ejemplo 59

- Se deslíen 2 partes de una formulación de aclarador hecha según el Ejemplo 22 en 30.000 partes de agua que contienen 30 partes de un acelerador de la fijación (producto de oxietilación no ionógeno) y 45 partes de ácido fórmico al 85 %. En el líquido de aplicación obtenido se trata a pH 3,5 1000 partes de un tejido de hebra de poliacrilonitrilo (Orlon 75) (relación de líquido, 1:30), con el siguiente
- 25.

te curso de temperatura: Se eleva la temperatura hasta 97° en 30 minutos; se continúa el tratamiento del tejido a esta temperatura por 30 minutos más, y luego se enfría hasta 70° en 10 minutos. Se enjuaga en frío el tejido y se le seca.

5. El tejido así tratado presenta, respecto al tejido no tratado, un incremento del grado de blancura de 120 unidades de la escala de blanco CIBA-GEIGY.

Ejemplo 60

10. Se deslíen 3 partes de una formulación de aclarador hecha según el Ejemplo 22 en 30.000 partes de agua que contienen 90 partes de un agente reductor de blanqueo corriente en el comercio (por ejemplo, ditionito sódico). En el líquido de aplicación así obtenido se tratan 1000 partes de un tricot de poliamida 66 (relación de líquido, 1:30) con el curso siguiente de temperatura: Se eleva la temperatura del baño hasta 97° en 30 minutos. Se continúa tratando el tricot a 97° durante 30 minutos más, y luego se enfría hasta 70° en 10 minutos. Se enjuaga en frío la pieza de tricot y se la seca.

15. 20. El tricot así tratado presenta, respecto a un sustrato no tratado, un incremento del grado de blancura de 140 unidades de la escala de blanco CIBA-GEIGY.

Ejemplo 61

25. Se disuelven en 5500 partes de carbonato de etileno 1500 partes de un copolímero que contiene 95 % de acrílonitrilo y 5 % de 2-vinilpiridina y que presenta un peso molecular medio de 47.000. Se filtra y desairea la solución resultante, y luego se le añade, removiendo, una mezcla de 2500 partes de carbonato de etileno y unas 1000 partes de agua en

- la que se han incluido y homogeneizado antes 1 parte de una dispersión de aclarador formulada como en el Ejemplo 27 y 7,5 partes de ácido oxálico. Resulta una solución para hilar, que se calienta a 70° y se exprime con una velocidad de
5. 200 g/minuto/boquilla por boquillas hiladoras de 412 agujeros (0,0076 cm de diámetro) hacia un baño precipitante que contiene una mezcla de 75 % de agua y 25 % de carbonato de etileno. La temperatura del baño se mantiene a 60° mientras se hacen pasar por el baño, en una longitud de 122 cm, las
 10. fibrillas recién formadas. El cable coagulado se retira del baño con una velocidad de 9,3 m/minuto y se pasa sobre dos rodillos de accionamiento forzado, que están dispuestos fuera del baño y que corren con 9,4 m/minuto y respectivamente 44,5 m/minuto, de modo que el cable es estirado en el aire
 15. en 4,8 veces. Luego se pasa el cable por un baño extensor que contiene agua y 1 a 3 % de carbonato de etileno acumulado, a temperatura de 100°. El cable hilado recorre el baño en un trayecto de 63,5 cm, con lo cual se logra un estiramiento adicional de 1,64 veces, por lo que el estiramiento total es
 20. de 7,7 veces. Con distensión, se pasa luego el cable en un trayecto de 63,6 cm por un baño constituido fundamentalmente por agua a 90°. El cable humectado y distendido que resulta se exprime con una velocidad de 66 m/minuto, se corta en hebras de la longitud deseada, se aviva y a continuación se se-
 25. ca. La fibra cortada aclarada de este modo en la masa para hilar con 0,33 o/oo de substancia activa del aclarador óptico del Ejemplo 8 es de un blanco puro, a diferencia de la fibra no tratada, que está fuertemente amarilleada.

Ejemplo 62

- Se prepara una pasta de imprimir para la impresión rotativa con película sobre papel diluyendo previamente 0,5 a 1 parte de un aclarador óptico formulado según los Ejemplos
5. 20 6 21 con unas 9 partes de agua y desliendo esta dilución en 90 partes de un espesamiento generatriz (solución acuosa al 6 % de una pasta de polimerizado mixto a base de ácido maleico). Esta pasta de imprimir, de unas 8000 centipoises, se aplica a papel con una máquina impresora rotativa de película,
10. en un dibujo deseado. El papel así impreso, secado, puede utilizarse en el método de transferencia sobre géneros textiles de poliéster (traslado de la impresión a unos 210° durante 30 segundos). El dibujo impreso en el papel es visible por su efecto blanco puro después de la transferencia al material textil de poliéster. Muy impresionante es el dibujo
15. en los espacios que están iluminados por radiación ultravioleta.

= . =

REIVINDICACIONES

20. 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. 6374/74 del 9 de Mayo de 1974, 11896/74 del 2 de Septiembre de 1974, 16894/74 del 18 de Diciembre de 1974.
25. 1. Procedimiento para la preparación de composiciones de colorantes y aclaradores ópticos esencialmente pobres en dispersante, estables, muy concentradas, finamente dispersas y

fluentes, aptas para teñir o estampar o aclarar ópticamente materiales textiles, en especial materiales de poliéster, de poliamida, de poliacrilonitrilo, de acetato y triacetato de celulosa, por el método de extracción acuosa y particularmen-

5. te aplicables a materiales de poliéster por el método de fulardeo térmico acuoso, y también aptas para constituir pastas de estampar para imprimir o estampar materiales de soporte, en particular papel, para estampación por transferencia, caracterizado porque, en su realización se constituye una
10. composición integrada por a lo menos 10 % en peso de agua, a lo menos 30 % en peso de un colorante o aclarador óptico insoluble en agua hasta difícilmente soluble en ella, y una composición constituida por 10 % en peso a lo sumo de un dispersante anionactivo, 5 % en peso a lo sumo de un dispersante no ionógeno y 35 % en peso a lo sumo de un agente hidrotropo, así como eventualmente otros aditivos, moliéndose en
15. agua el colorante o aclarador óptico antes definidos, con adición de uno a lo menos de los citados dispersantes, e incorporándose el resto de los componentes antes de la operación de molienda, durante ella o a continuación, en forma
20. tal realizado el proceso que se origine un preparado cuyo tamaño de partículas sea inferior a 10 micras y en particular inferior a 2 micras.

25. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en su realización se prefieren proporciones de 0,1 a 5 % en peso de un dispersante anionactivo, de 1 a 3 % en peso de un dispersante no ionógeno y de 5 a 20 % en peso de un agente hidrotropo.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2,

caracterizado porque en su realización se prefieren proporciones de 35 a 65 % en peso, y en particular de 40 a 60 % en peso, de colorantes o aclaradores ópticos insolubles en agua hasta difícilmente solubles en ella.

5. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por seleccionarse en su realización, en concepto de colorantes insolubles en agua hasta difícilmente solubles en ella, colorantes de dispersión o colorantes de tina.
10. 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por seleccionarse también en concepto de colorante insolubles en agua hasta difícilmente solubles en ella, colorantes que son aptos para el método de estampación o impresión por transferencia.
15. 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado por seleccionarse especialmente como colorantes de dispersión, aquéllos que a la presión atmosférica pasan al estado de vapor entre 150 y 220° C en el 60 % a lo menos y en menos de 60 segundos.
20. 7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por seleccionarse en su realización, en concepto de aclaradores ópticos insolubles en agua hasta difícilmente solubles en ella, derivados de pirazolinas, cumarinas, mono- y bis-benzoxazoles, benzimidazoles, ariltriazoles, naftoxazoles, pirenos, naftalimidias y bis-etilen-arileno.
25. 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por seleccionarse en su realización, en concepto de dispersante anionactivo, productos de condensación de ácidos sulfónicos aromáticos con formaldehído, sulfonatos

de lignina o polifosfatos.

5. 9.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por seleccionarse en su realización, en concepto de dispersante no ionógeno, éteres poliglicólicos de alcohol graso, éteres fenólicos o ésteres de ácido ricinólico.

10. 10.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por seleccionarse en su realización, en concepto de agente hidrotropo, compuestos nitrogenados, como en particular urea o dimetilurea.

15. 11.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque en una forma de su realización se constituyen pastas de estampar de base acuosa o a base de una emulsión de agua-en-aceite, con las citadas composiciones acuosas antes definidas, en especial incorporando un agente espesante de preferencia espesantes a base de poliacrilo.

12.- Procedimiento para la preparación de composiciones acuosas de colorantes y aclaradores ópticos insolubles hasta difícilmente solubles en agua.

20. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 52 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 7 de Mayo de 1975

P.a.

JAIMÉ IZERN

p. p.

Firmado: JOSÉ L. MORA

mpc.