

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

CONCEDIDA

(Case 1-10860<sup>+</sup>)

PATENTE DE INVENCION

19 ES	11 NUM	464970	10 A1
21	22 FECHA DE PRESENTACION		

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
P 26 56 406.7	13 Diciembre 1976	Alemania

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09B; B01D; D06L; D06P	

54 TITULO DE LA INVENCION
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPOSICIONES DE COLORANTE O ACLARADOR OPTICO POBRES EN POLVILLO"

71 SOLICITANTE (S)
CIBA-GEIGY AG

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
BASILEA (Suiza)

72 INVENTOR (ES)
Walter Günther, Kurt Hintermayr

73 TITULAR (ES)
CIBA-GEIGY AG

74 REPRESENTANTE
D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial.

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta. UTILICESE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

UNE A 4 MOD. 3106

5 JUL. 1978,

DESCRIPCIÓN

Objeto de este invento es un procedimiento para componer preparados pobres en polvillo por mezcla de una sal inorgánica, previamente calentada, a preparados específicos de colorantes y aclaradores ópticos, así como el preparado pobre en polvillo que se obtiene por este procedimiento.

Se sabe que para encabezar colorantes o aclaradores ópticos se les mezclan sales y otros agentes auxiliares. Por el procedimiento de la simple mixturación de los componentes se originan preparados que contienen una gran proporción de partículas finas. Estas tienden a desprender mucho polvillo, por lo cual el trabajo con estos preparados es dificultoso y sus posibilidades de empleo quedan limitadas. Para obviar estos inconvenientes se sabe además que, por ejemplo, puede ligarse el polvillo indeseado añadiendo a la mezcla un aglomerante del polvo o rociándola con este aglomerante. Pero ni siquiera con la adición de grandes cantidades de aglomerante del polvo se logra ligar el polvo de modo perdurable, en la mayoría de los casos, sobre todo cuando se trata de productos secados por pulverización. Bastan unas pocas semanas para que del preparado sin polvillo o pobre en polvillo se haya formado otra vez un preparado polvoriento.

Ahora se ha descubierto que por la mezcla de una sal inorgánica, previamente calentada, a una

mezcla previamente depositada, constituida por un colorante o un aclarador óptico a lo menos, un fijador, un aglomerante del polvillo y otros aditivos, se consigue sorprendentemente una ligazón duradera del polvillo.

5.

Los colorantes utilizables en el procedimiento de este invento son, por ejemplo, los colorantes aniónicos, los colorantes catiónicos, los colorantes complejos de metal, como los complejos 1:1 y 1:2 de cobre, de cromo o de cobalto, los colorantes de dispersión, los colorantes reactivos, los colorantes de tina, los colorantes cromados, los pigmentos y los colorantes directos. Desde el punto de vista químico se trata, por ejemplo, de colorantes nitro, monoazoicos, disazoicos, poliazoicos, estilbénicos, difenilmetánicos, trifenilmetánicos, quinoftalónicos, cumarínicos, oxacínicos, azometínicos o metínicos. Se logran resultados muy buenos con los colorantes solubles en agua, especialmente con los colorantes catiónicos.

10.

15.

20.

En calidad de aclaradores ópticos entran en cuenta igualmente los de todas las clases de aclaradores. Se trata, por ejemplo, de compuestos estilbénicos, como los derivados de cianuro del ácido 4,4'-diaminoestilben-2,2'-disulfónico o los diestiril-bifenilos, de cumarinas, benzocumarinas, piracinas, pirazolininas, oxacinas, compuestos mono- o di-benzoxazolíflicos o mono- o di-bencimidazolíflicos y asimismo de imidas de ácido naftálico y de derivados

25.

de naftotriazol y v-triazol. Se emplean con preferencia los aclaradores ópticos solubles en agua.

5. Los colorantes o los aclaradores ópticos se utilizan en forma seca, con ventaja en forma de polvo secado por pulverización o molido, y pueden ser tanto polvorientos como no polvorientos.

10. Los fijadores utilizables en el procedimiento de este invento son compuestos que se ablandan o funden en el intervalo de temperatura de los 30 a los 150° C, y especialmente de los 40 a los 90° C. Entran en cuenta, por ejemplo: la sorbita, la urea, la hidratodextrosa, la glucosa, la lactosa, la manita, la manosa, el polietilenglicol de peso molecular superior a 3000, etc. Se prefieren los compuestos  
15. que contienen en la molécula 5 grupos de hidroxilo a lo menos.

20. El fijador se incluye convenientemente como polvo sólido, en cantidades de un 2 a 10 % en peso, y preferentemente de 3 a 7 % en peso, respecto al preparado final. En los casos en que el fijador es difícil de dividir, puede añadirse también una solución acuosa, concentrada, del fijador.

25. Los aglomerantes del polvillo apropiados son tensioactivos catiónicos, aniónicos o no ionógeno, según el colorante o el aclarador óptico que se use. El tensioactivo elegido no debe incurrir en reacciones indeseadas con el colorante o el aclarador óptico.

- Se utilizan con preferencia los tensioactivos no ionógenos; por ejemplo, poliéterglicoles, como los polimerizados mixtos a base de óxido de etileno y óxido de propileno (polimerizados de bloque), o poliéteralcoholes, como los productos de condensación a base de alcoholes o fenoles con óxido de etileno. El aglomerante del polvillo se incluye en cantidades de 1 a 10 % en peso, y preferentemente de 3 a 5 % en peso, respecto al preparado final.
- 5.
10. Como otros aditivos o suplementos entran en cuenta compuestos orgánicos solubles en agua, que son sobre todo compuestos polihidroxílicos con punto de fusión superior a 100° C, como los derivados de azúcar, de celulosa o de almidón. Se utiliza con preferencia un derivado del almidón, como la dextrina.
15. Como otros suplementos cabe contar todavía con materias coadyuvantes como los dispersantes, los estabilizadores contra las influencias oxidantes o reductoras y sobre todo ácidos o bases sólidos o sustancias amortiguadoras para el ajuste del pH. La cantidad de los aditivos se orienta según el grado de dilución que se desee para el colorante o el aclarador óptico e importa de 10 a 50 % en peso, y preferentemente de 20 a 30 % en peso, respecto al preparado final.
- 20.
25. En concepto de sales inorgánicas entran en cuenta las sales que no se ablandan a la temperatura con que se las utiliza, que no incurren con el colorante o el aclarador óptico en ninguna reacción

- indeseada y que con el calentamiento no se alteran gran cosa en la estructura granular original. Se trata sobre todo de sales alcalinometálicas de ácidos inorgánicos fuertes, como el ácido sulfúrico,
5. el ácido fosfórico, el ácido clorhídrico y asimismo el ácido carbónico. Hallan empleo, por ejemplo, el mono-, el di- y el tri-fosfato sódicos, el pirofosfato sódico, el cloruro sódico, el cloruro potásico, el hidrocarbonato sódico o el carbonato sódico y preferentemente el hidrosulfato sódico, pero sobre todo
10. el sulfato sódico anhidro. Las sales se incluyen en cantidades de un 20 a 50 % en peso, y preferentemente de 25 a 40 % en peso, respecto al preparado final.

- El procedimiento en sí a que se refiere
15. este invento consiste en mezclar intensamente en una mezcladora, a la temperatura del ambiente, el colorante o el aclarador óptico (en particular, un colorante catiónico) con el fijador (principalmente, sorbita), el aglomerante del polvillo (en particular,
20. un tensioactivo no ionógeno) y otros aditivos (de conveniencia, dextrina) y eventualmente un ácido sólido (por ejemplo, ácido sulfamínico). En concepto de mezcladoras entran en cuenta los aparatos que tienen instaladas herramientas para mezclar, como
25. las mezcladoras intensivas, las rápidas (mezcladoras Lödige) y las mezcladoras-amasadoras, o agitadores rápidos del método de centrifugación con turbulencia. A la mezcladora en marcha se alimenta tan rápidamente

- como sea posible una sal inorgánica (con ventaja, sulfato sódico) seca y calentada previamente. El nivel de temperatura de la sal es de 50° C por lo menos, preferentemente de 70 a 90° C, y está limitado por arriba por la sensibilidad del colorante o el aclarador óptico a la temperatura. La cantidad de sal y la rapidez de alimentación se determinan de un lado según el grado de dilución que se desee para el colorante o el aclarador óptico y de otro lado según la temperatura que se haya de alcanzar en la mezcladora, temperatura que se halla entre 30 y 65° C y preferentemente entre 25 y 50° C. Después de añadir la sal se sigue agitando por 1 a 15 minutos más, preferentemente por 5 minutos más, y luego se enfría hasta la temperatura del ambiente, en la mezcladora parada, el preparado que así se ha originado, se le retira y eventualmente se le envasa.

20. Por el procedimiento de este invento se obtienen preparados que son desde pobres en polvillo hasta exentos de polvillo y que conservan esta propiedad, incluso en almacén, durante meses (por ejemplo, por 10 a 12 meses), sobre todo cuando se emplea género secado por pulverización.

25. Para determinar el comportamiento pulverulento se realizó la prueba siguiente de pulverulencia:

Sobre un cilindro metálico de 500 cc de cabida se aplica un embudo metálico de 10 cm de diá-

- metro interior y un tubo de 15 mm de diámetro interior cuyo extremo llega hasta el límite de los 200 cc del cilindro. A la altura de los 400 cc del cilindro se fija un filtro redondo de papel (Schleicher & Schuell LS14), perforado, que está humedecido de manera que permanezca moderadamente húmedo, pero sin chorrear. Luego se vierten rápidamente por el embudo 10 g de la substancia en examen, se aguardan 3 minutos, se retira el embudo y se quita el filtro redondo de papel cortándolo. Este papel de filtro se califica luego mediante una escala de evaluación con las notas siguientes:
5. Nota 1 = mucho polvillo, cuando el filtro de papel está coloreado muy fuertemente hasta intensamente
10. Nota 2 = bastante polvillo, cuando el filtro redondo de papel está coloreado débilmente
15. Nota 3 = polvillo moderado, cuando en el filtro redondo de papel aparecen muchas manchas de color que en parte se tocan
20. Nota 4 = polvillo débil, cuando en el filtro redondo de papel aparecen motas de colorante pero no hay ninguna mancha coherente de color
25. Nota 5 = pobre en polvillo, cuando el filtro redondo de papel no presenta ninguna tinción visible, sino todo lo más motas aisladas de colorante.

Los preparados obtenibles en virtud de este invento hallan empleo para la tinción y la estampación o la aclaración óptica de materiales que pueden teñirse o respectivamente aclararse ópticamente con estas preparaciones, sobre todo de materiales textiles.

5.

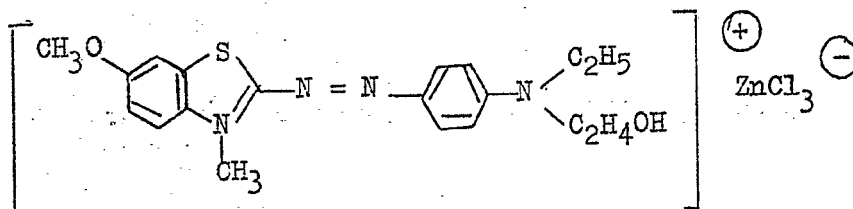
En los ejemplos que siguen, destinados a explicar el invento, las partes significan partes en peso y las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

10.

#### Ejemplo 1

En una mezcladora Lödige se mezclan intensamente a la temperatura del ambiente 33 partes del colorante pulverulento de la fórmula

15.



20.

26 partes de dextrina, 3 partes de sorbita sólida, 1 parte de ácido sulfamínico y 3 partes de un producto de condensación a base de 1 mol de nonilfenol y 9,5 moles de óxido de etileno. Por separado se

25.

calientan a 70° 34 partes de sulfato sódico anhidro y en el curso de 2 minutos se los añade a la mezcladora en marcha. Se deja funcionar la mezcladora por 5 minutos más, y después del enfriamiento de la mezcla

hasta la temperatura del ambiente y de retirarla de la mezcladora se obtiene un preparado de colorante con la nota 5 de polvillo, el cual no presenta ningún cambio en el comportamiento pulverulento aún después de 6 meses de almacenamiento.

5.

Si en lugar del producto de condensación a base de nonilfenol y óxido de etileno se emplea un polimerizado de bloque a base de óxido de etileno y óxido de propileno, se obtienen preparados de resultados igualmente buenos.

10.

Se consigue asimismo una ligazón del polvillo extraordinariamente duradera si, procediendo tal como se ha descrito antes, se utilizan en lugar de la sorbita las mismas cantidades de urea, de hidratodextrosa, de glucosa, de lactosa, de manita, de manosa o de polietilenglicol de peso molecular superior a 3000.

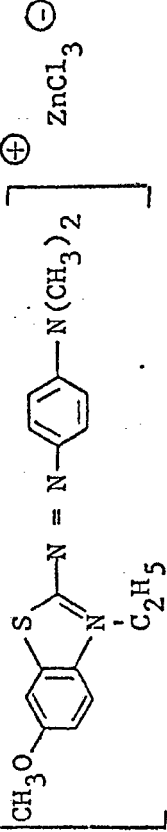
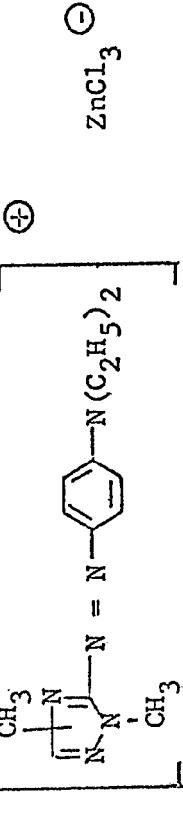
15.

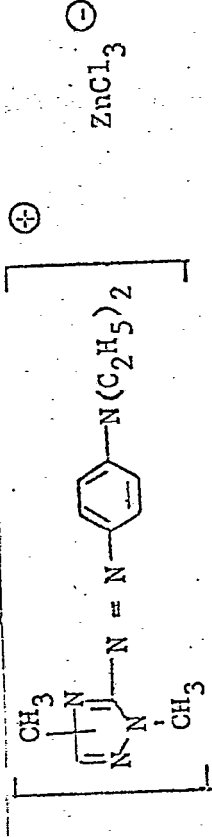
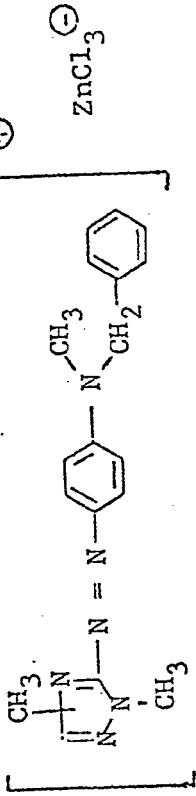
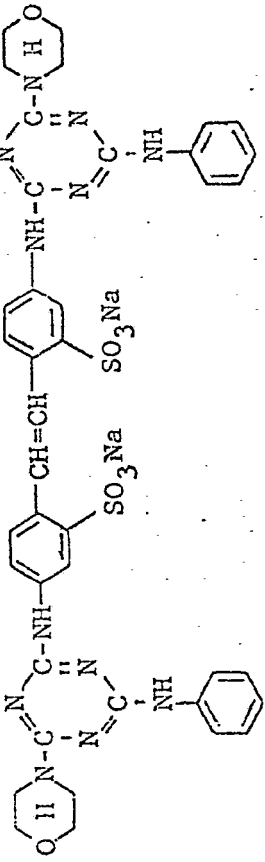
Si en vez del colorante citado antes y del sulfato sódico anhidro se emplean los colorantes o respectivamente aclaradores ópticos (columna 2) y las sales (columna 3) que se reseñan en la tabla que sigue, en la misma cantidad, se obtienen, procediendo tal como se ha descrito antes, preparados con las notas de polvillo que se indican en la columna 4. El comportamiento del polvillo en estos preparados no muestra ninguna alteración aún después de 8 meses de estar aquéllos almacenados.

20.

25.

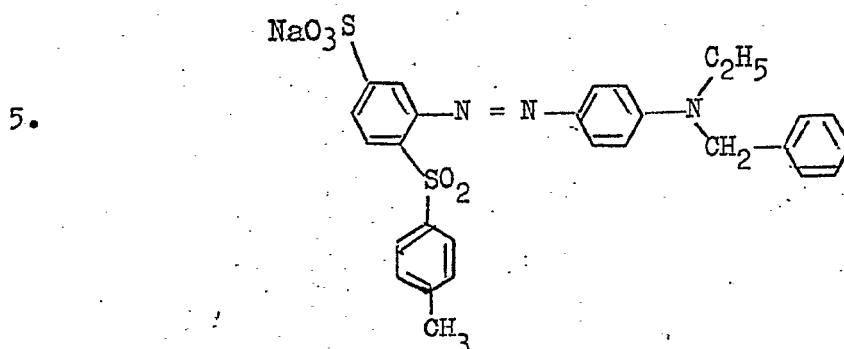
TABLA

Ejemplo Nº	COLORANTE	SAL	Nota de polvillo
2	 $\left[ \text{CH}_3\text{O} \text{---} \text{C}_6\text{H}_3 \text{---} \text{S} \text{---} \text{N} \text{---} \text{N} \text{---} \text{N} \text{---} \text{C}_6\text{H}_4 \text{---} \text{N}(\text{CH}_3)_2 \right]^{\oplus}$	Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	5
3	id.	Na <sub>4</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	5
4	id.	NaHCO <sub>3</sub>	5
5	id.	NaCl	5
6	 $\left[ \text{N}(\text{CH}_3)_2 \text{---} \text{C}_6\text{H}_3 \text{---} \text{S} \text{---} \text{N} \text{---} \text{N} \text{---} \text{N} \text{---} \text{C}_6\text{H}_4 \text{---} \text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \right]^{\oplus}$	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	5

Ejemplo nº	COLORANTE	SAL	Nota de polvillo
7		Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	5
8		Na <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	5
9		Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	5

Ejemplo 10

En una mezcladora con herramienta para mezclar se mixturán intensamente 33 partes del colorante de la fórmula



10. 22 partes de dextrina y 7 partes de sorbita. Durante la mixturación se añaden 3 partes de un producto de condensación a base de 1 mol de nonilfenol y 9,5 moles de óxido de etileno. Después de mixturar bien, se agregan en 2 minutos 35 partes de hidrocarbonato sódico que previamente se han calentado a  $70^\circ$  por separado.
15. Se sigue la mixturación por 5 minutos más y a continuación se enfría hasta la temperatura del ambiente, con lo que, después de retirar de la mezcladora el producto, se obtiene un preparado de colorante que presenta nota 5 de polvillo y que alcanza todavía la misma nota después de 12 meses de almacenamiento.

25. Se consigue asimismo una extraordinaria ligazón duradera del polvillo si en este ejemplo se emplea, en lugar del hidrocarbonato sódico, una de las sales siguientes, en la misma cantidad:

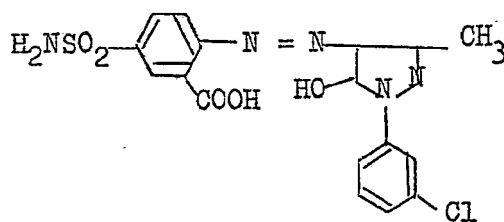
	Sal	Nota de polvillo
	Cloruro sódico	5
5.	Carbonato sódico	4
	Trifosfato sódico	5
	Pirofosfato sódico	4
10.	Dihidrofosfato sódico	4
	Sulfato sódico	5
	Hidrosulfato sódico	5

15.

Ejemplo 11

En una mezcladora Lödige se mezclan intensamente a la temperatura del ambiente 33 partes del complejo simétrico 2:1 de cromo del colorante de la fórmula

20.



- 22 partes de dextrina, 7 partes de sorbita y 3 partes de un producto de condensación a base de 1 mol de nonilfenol y 9,5 moles de óxido de etileno. Por separado se calientan previamente a 70° 35 partes de carbonato sódico y se los añade en 2 minutos a la mezcladora en marcha. Al cabo de 5 minutos más de agitación, se detiene el agitador. Después del enfriamiento hasta la temperatura del ambiente y de retirar de la mezcladora el producto, se obtiene un preparado colorante con la nota 4 de polvillo.
- 5.
- 10.

NOTA

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:


1. Procedimiento para la preparación de composiciones de colorante o de aclarador óptico pobres en polvillo, especialmente aptos para la tinción, estampación y/o aclaración óptica de materiales textiles, caracterizado porque comprende combinar con un colorante o aclarador óptico por lo menos, preferentemente soluble en agua y especialmente del tipo catiónico, una proporción entre el 2 y el 10%, de preferencia entre el 3 y el 7% respecto al peso del producto final, de un fijador que presenta un punto de reblandecimiento o de fusión entre 30° y 150° C y particularmente de 40° a 90° C, un aglomerante de polvillo tipo
- 15.
- 20.

pey

- tensioactivo, de preferencia no ionógeno y otros aditivos seleccionados entre los solubles en agua, con una sal inorgánica preferentemente calentada a 50° C por lo menos, en especial entre 70° y 90° C; en cuya realización,
5. la combinación se lleva a cabo en una mezcladora, de preferencia del tipo amasadora o combinada con medios de centrifugación por turbulencia, en forma tal que entre la sal inorgánica y la composición formada por el colorante, fijador, tensioactivo y aditivos, se efectuó una
10. transmisión térmica durante la combinación adecuada para provocar el descenso de temperatura a niveles inferiores a los 30 a 65° C.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por seleccionarse en calidad de fijador para la realización del proceso un compuesto que contiene a lo menos 5 grupos de hidroxilo por molécula, más especialmente la sorbita, la hidratodextrosa, la glucosa, la lactosa, la manita, la manosa o el polietilenglicol de peso molecular superior a 3000.
- 15.

20. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque en su realización se seleccionan como aglomerantes del polvillo no ionógenos poliéteralcoholes o poliéterglicoles, en especial un producto de condensación a base de alquilfenol y óxido de etileno.
- 25.

4. Procedimiento según la reivindicación 1,
- 

caracterizado porque para su realización se seleccionan en concepto de otros aditivos o suplementos, compuestos orgánicos solubles en agua, en especial compuestos polihidroxiclicos, más particularmente la dextrina.

5.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se elige para su realización, en concepto de sal inorgánica, una sal alcalina del ácido sulfúrico, del ácido fosfórico, del ácido clorhídrico o del ácido carbónico, en especial el sulfato sódico o el hidrosulfato sódico.

10.

6. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en una forma preferente de realización se combinan previamente en la mezcladora un colorante catiónico secado por pulverización, sorbita, el tensioactivo no iomógeno, dextrina y ácido sulfamínico y el producto formado se combina a su vez con la sal inorgánica, especialmente el sulfato sódico, calentada previamente a temperatura de 70 a 90° C.

15.

20.

7. Procedimiento para la preparación de composiciones de colorante o de aclarador óptico pobres en polvillo.

25.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 18 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

pey

Madrid, a 12 de Diciembre de 1977

p.a.

p. p. JAIME ISERN

Firmado: JOSE F. NIETO

pg