

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

ES	76304	A1
FECHA DE PRESENTACION		
28 DIC. 1978		

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y el contenido de la Memoria.  
(CASE 1-11516)

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
16184/77	29 Diciembre 1977	Suiza

37 FECHA DE PUBLICIDAD	38 CLASIFICACION INTERNACIONAL	39 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09B; D06P	

44 TITULO DE LA INVENCION
"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COLORANTES ACUOSOS A BASE DE COLORANTES DIFICILMENTE SOLUBLES EN AGUA"

51 SOLICITANTE (ES)
CIBA-GEIGY AG

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Basilea (Suiza)

52 INVENTOR (ES)
Dr. Carl Becker - Georges Mahler - Paul Erzinger

53 TITULAR (ES)
CIBA-GEIGY AG

54 REPRESENTANTE
D. Jaime Isern Cuyas, Agente Oficial Propiedad Industrial

DESCRIPCIÓN

=====

- Este invento se refiere a nuevos preparados colorantes acuosos de colorantes difícilmente solubles en agua, a un procedimiento para la producción de estos preparados colorantes, al empleo de ellos para componer pastas de imprimir, a su empleo para la estampación de materiales de soporte para la impresión por transferencia, para estampación de materiales, especialmente textiles, o para tinción de materiales textiles, así como a los materiales de soporte estampados o impresos y al material que por medio de estos preparados colorantes se imprima en la impresión por transferencia o se tiña o estampe en proceso de tinte o de estampación.
- 5.
- 10.

- Las formas comerciales de colorantes difícilmente solubles en agua se conocen lo mismo en marcas líquidas que en marcas de polvo. Estas últimas tienen la desventaja de que antes del uso a que se aplican hay que dispersarlas en agua. Las formulaciones líquidas conocidas tienen el inconveniente de que normalmente contienen grandes cantidades de dispersante, la mayoría de las veces más del 30 % en peso, y sólo un 20 % en peso de colorante.
- 15.
- 20.

Por la DT-OS 2.520.527 se sabe que pueden componerse preparados colorantes líquidos, de almacena-

5. miento estable y muy concentrados en colorante insoluble en agua hasta difícilmente soluble en agua, si se emplean dispersantes aniónicos selectos junto con dispersantes no ionógenos y agentes hidrotrópicos, en particular urea.

10. Pero el uso de agentes hidrotrópicos acarrea inconvenientes en muchos casos. Los preparados que contienen agentes hidrotrópicos iónicos no son utilizables, por su gran contenido de electrólitos, en los medios de empleo sensibles a los electrólitos, por ejemplo en los que contienen espesantes de poliacrilato. Los preparados de urea para uso como agentes hidrotrópicos experimentan si el almacenamiento es prolongado una alteración del pH causada por el desprendimiento de amoníaco, lo que en

15. los colorantes sensibles a los álcalis puede conducir a descomposición parcial. Además, por el desprendimiento de amoníaco se forma más electrólito. Con la presencia de urea existe también en muchos espesantes el peligro de que éstos se ennegrezcan o se endurezcan,

20. y entonces es difícil quitarlos por lavado. Por otra parte, la formación de amoníaco dentro de los recipientes herméticamente cerrados en que se guardan tales preparados puede originar una sobrepresión peligrosa.

25. Los preparados colorantes acuosos conocidos que contienen colorantes de dispersión o de tina de difícil solubilidad en agua pero de escasa hidro-

- filia, o sea cuya solubilidad en percloroetileno hirviente es inferior a 0,5 g/kg, presentan el gran inconveniente de que en su fabricación o durante el almacenamiento tienden a la formación tixotrópica de gel y/o a la recristalización y por lo tanto son inútiles para la práctica.
- 5.

- Ahora se han hallado nuevos preparados acuosos que carecen de tales inconvenientes. Se caracterizan por contener, junto a los colorantes mencionados, agua, dispersante aniónico y/o no ionógeno, una resina que presenta afinidad para el colorante y que es mejor soluble que éste en un disolvente que sea limitadamente miscible con el agua, y eventualmente otros aditivos.
- 10.

- Sorprendentemente, en los preparados de esta composición no es ya necesaria la adición de un agente hidrotrópico y ya no se presentan los inconvenientes ocasionados por estos agentes.
- 15.

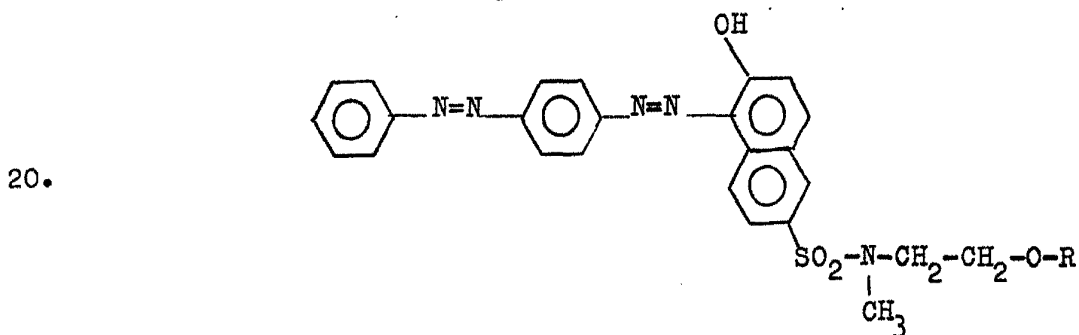
- Como colorantes utilizables de acuerdo con el invento entran en cuenta sobre todo los colorantes de dispersión y los de tina. Se trata de colorantes de diversas clases; en los colorantes de dispersión, por ejemplo, de colorantes nitro, colorantes aminocetónicos, colorantes cetonimínicos, colorantes metínicos, colorantes nitrodifenilamínicos, colorantes quinolínicos, colorantes aminonaftoquinónicos, colorantes cumarínicos y en particular colorantes antra-
- 20.
- 25.

quinónicos y azoicos, como los monoazoicos y los disazoicos.

5. En calidad de colorantes de tina hallan empleo por ejemplo los colorantes indigoides, colorantes antraquinoides, como por ejemplo los indantrenicos, y asimismo los colorantes sulfurosos y los ésteres de colorantes leuco de tina.

10. Por colorantes deben entenderse también los aclaradores ópticos. Entran en cuenta, por ejemplo, aclaradores difícilmente solubles en agua de las clases siguientes de compuestos: estilbenos, cumarinas, benzocumarinas, pirenos, piracinas, pirazolinas, oxacinas, compuestos mono- o di-benzoxazolílicos o -imidazolílicos, derivados de ariltriazol y de v-triazol y naftalimidias.

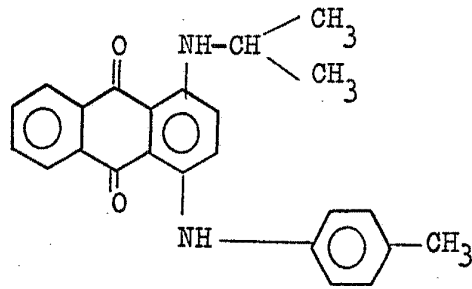
15. Entran en cuenta por ejemplo colorantes de las fórmulas siguientes:



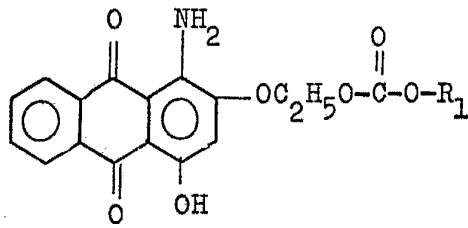
donde

25. R significa H o OCCH<sub>3</sub>,

5.



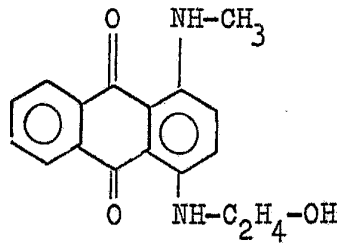
10.



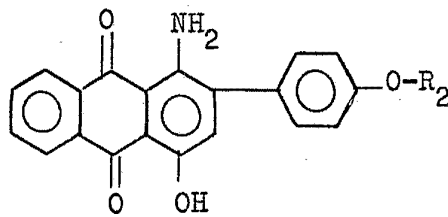
donde

R<sub>1</sub> significa C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> o C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>,

15.



20.



donde

25.

R<sub>2</sub> significa H o CH<sub>3</sub>.

- Se comprende que el tipo del colorante está determinado en gran medida por la tonalidad que se desee y el campo de aplicación de los preparados colorantes acuosos de este invento. Si éstos, por ejemplo, se utilizan para la preparación de pastas de estampar y otros usos en la impresión por transferencia, se emplearán como colorantes difícilmente solubles en agua los que son aptos para el método de impresión por transferencia, en particular colorantes de dispersión que a la presión atmosférica y a temperatura entre 150 y 220° C pasen en el 60 % por lo menos al estado de vapor en menos de 60 segundos, sean termoestables y se transfieran sin descomponerse.
5. Si éstos se utilizan, por ejemplo, para componer pastas de estampar destinadas a estampar materiales textiles en estampación directa, una modalidad preferida de aplicación de los preparados colorantes de este invento, o para componer baños tintóreos destinados al tinte de materiales textiles, se emplearán colorantes de dispersión que tengan buenas propiedades tintóreas y fijadoras y que den teñiduras resistentes a la mojadura, a la sublimación y a la luz.
10. Si éstos se utilizan, por ejemplo, para componer pastas de estampar destinadas a estampar materiales textiles en estampación directa, una modalidad preferida de aplicación de los preparados colorantes de este invento, o para componer baños tintóreos destinados al tinte de materiales textiles, se emplearán colorantes de dispersión que tengan buenas propiedades tintóreas y fijadoras y que den teñiduras resistentes a la mojadura, a la sublimación y a la luz.
15. Por lo demás, también es posible utilizar mezclas de tipos iguales o diferentes de colorantes, así como de aclaradores ópticos, dentro del cuadro de la definición dada, en estos preparados acuosos. Los preparados de este invento contienen preferentemente de 25 a 60 % en peso, y en particular de 35 a
- 20.
- 25.

50 % en peso, de colorante o de aclarador óptico.

En calidad de dispersantes anionactivos entran en cuenta sobre todo los sulfonatos de lignina, por ejemplo los que se obtienen por el procedimiento del sulfito o por el método Kraft. Preferentemente se trata de productos que en parte han sido hidrolizados, oxidados o desulfonados y que se han fraccionado por procedimientos conocidos, por ejemplo según el peso molecular o según el grado de sulfonación.

5.

10.

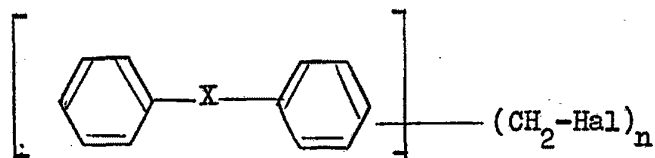
También son eficaces mezclas de sulfonatos de lignina sulfíticos y sulfonatos de lignina Kraft.

Se emplean igualmente bien en los preparados según este invento productos de condensación sulfonados como los que se describen en la DT-OS

15.

2.353.691. Se trata en particular de compuestos que se han obtenido por reacción de un compuesto de nafталina, eventualmente substituído por hidroxilo, cloro o metilo, con un compuesto de la fórmula

20.



donde

X significa el enlace directo u oxígeno,

25.

Hal significa cloro o bromo y

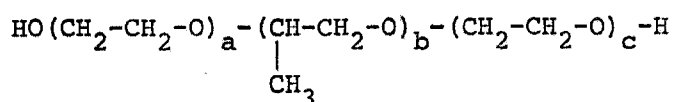
n significa un número por valor de 1 a 4,

y sulfonación, y eventualmente condensación ulterior con formaldehído o compuestos donadores de formaldehído.

- Como dispersantes anionactivos utilizables para los preparados de este invento se han revelado además los productos de condensación de ácidos sulfónicos aromáticos con formaldehído, como los
5. productos de condensación de formaldehído y ácidos naftalinsulfónicos o de formaldehído, ácido naftalinsulfónico y ácido bencensulfónico, o bien un producto de condensación de cresol bruto, formaldehído y ácido naftalinsulfónico.
10. Otros dispersantes anionactivos apropiados son los compuestos de la fórmula
- $$R-X-(CH_2-CR^1-Y)_a-(CH_2-CR^2-Z)_b-H,$$
- que están descritos en las patentes norteamericanas 3.498.942, 3.632.466, 3.498.943, 3.772.382, 3.668.230,
15. 3.776.874 y 3.839.405, en particular las sales potásicas de estos compuestos con peso molecular de 1200 a 1500 aproximadamente (Polywet KX-3, KX-4 y KX-5).
20. Normalmente estos dispersantes aniónicos se hallan en forma de sus sales alcalinas, sus sales amónicas o sus sales amínicas solubles en agua. Es ventajoso emplear calidades que sean pobres en electrolitos extraños. También es posible emplear mezclas de los dispersantes aniónicos que se han reseñado.
25. La cantidad de dispersante aniónico es de 0,1 a 5 % en peso, y en particular de 0,5 a 2 % en peso, respecto al peso del preparado.

En lugar del dispersante aniónico, o de preferencia complementándolo, los preparados de este invento contienen de 0,1 a 5 % en peso, y en particular de 0,5 a 2 % en peso, respecto al peso del preparado, de un dispersante no ionógeno. Como tales entran en cuenta sobre todo los copolimerizados de óxido de etileno y óxido de propileno con un contenido de óxido de etileno de 65 % en peso por lo menos, y preferentemente de 80 % en peso por lo menos.

- 5.
10. Se prefieren los copolimerizados de óxido de etileno y óxido de propileno de la fórmula



donde la suma de

15. a y c significa un número por valor de 150 a lo menos, preferentemente de 200 a 400, y b significa un número por valor de 20 a 100, preferentemente de 30 a 80.

20. Como resinas son utilizables para los preparados de este invento las que presentan afinidad para el colorante empleado y que en un disolvente limitadamente miscible con el agua tienen mejor solubilidad que el propio colorante. Se trata preferentemente de resinas sintéticas, en particular resinas cetónicas, o sea compuestos que se producen por autocondensación de cetonas alifáticas, alifáticoaromáticas o cicloali-
- 25.

fáticas o por condensación de estas cetonas con aldehídos, especialmente con formaldehído.

5. De éstos resultan especialmente aptos los productos de condensación de acetofenona y formaldehído, pero sobre todo de ciclohexanona y formaldehído.

Estas resinas se contienen en los preparados de este invento en cantidad, preferentemente, de 1 a 10 % en peso, y sobre todo de 3 a 7 % en peso, respecto al peso de colorante.

10. Si se quiere, los preparados colorantes pueden llevar todavía otros suplementos mejoradores de las propiedades, como por ejemplo agentes higroscópicos, agentes anticongelantes, como los polioles, etilenglicol, monopropilenglicol, dietilenglicol, glicerina, sorbita, etc., o formamida; agentes antimicrobianos; fungicidas, por ejemplo solución acuosa de formalina; antiespumantes, mejoradores de la viscosidad o compuestos complejadores.
- 15.

20. Se han revelado sumamente estables en el almacenamiento los preparados que contienen a lo menos 10 % en peso de agua, 25 a 60 % en peso de un colorante conforme a la definición, de difícil solubilidad en agua, finamente disperso, 0,1 a 5 % en peso de un dispersante anionactivo y/o 0,1 a 5 % en peso de un dispersante no ionógeno, una resina y eventualmente otros aditivos, hallándose la resina en cantidad de
25. 1 a 10 % en peso respecto al colorante.

- De éstos son especialmente apropiados los que contienen a lo menos 20 % en peso de agua, 25 a 60 % en peso de un colorante conforme a la definición, difícilmente soluble en agua y finamente disperso, 0,1 a 5 % en peso de un sulfonato de lignina, 0,1 a 5 % en peso de un copolimerizado de óxido de etileno y óxido de propileno con 65 % en peso, a lo menos, de óxido de etileno, y una resina, así como eventualmente otros aditivos, hallándose la resina en cantidad de 1 a 10 % en peso respecto al colorante.
- 5.
- 10.

- Preparados muy valiosos son los que contienen a lo menos 20 % en peso de agua, 35 a 50 % en peso de un colorante conforme a la definición, difícilmente soluble en agua y finamente disperso, 0,5 a 2 % en peso de un sulfonato de lignina, 1 a 3 % en peso de un copolimerizado de óxido de etileno y óxido de propileno con 80 % en peso a lo menos de óxido de etileno, y una resina, así como eventualmente otros aditivos, hallándose la resina en cantidad de 3 a 7 % en peso respecto al colorante.
- 15.
- 20.

- La producción de los nuevos preparados colorantes se efectúa con ventaja formando primeramente granulados que contengan un colorante conforme a la definición, difícilmente soluble en agua y finamente disperso, y una resina, moliendo estos granulados en agua, con adición a lo menos de un dispersante aniónico y/o no ionógeno, y añadiendo eventualmente los demás componentes antes de la operación de molienda, durante
- 25.

ella o después de ella, de modo que se origine un preparado cuyo tamaño de partículas sea menor de 10  $\mu$ , y en particular menor de 2  $\mu$ .

5. La preparación de los granulados puede realizarse aquí de diversos modos. Se prefiere recurrir a una de las cuatro variantes siguientes:

1) Se disuelve, de preferencia con calentamiento, el colorante difícilmente soluble en agua y la resina en un disolvente limitadamente miscible con el agua y a continuación se añade agua, eventualmente caliente, con lo cual se precipitan granulados, eventualmente después del enfriamiento.

10.

2) Se remueve en agua el colorante difícilmente soluble en agua junto con agentes auxiliares aniónicos y/o no ionógenos, se añade una dispersión molida de la resina en agua, que eventualmente contiene otros aditivos más, y se muele hasta que el tamaño de las partículas del colorante es inferior a 10  $\mu$ . Luego se añade un disolvente limitadamente miscible con el agua, en tal cantidad que se forme un sistema con dos fases líquidas, se agita hasta que el colorante pase a la fase orgánica y a continuación se precipita por adición de agua el granulado.

15.

20.

3) Se deposita en agua el colorante difícilmente soluble en agua junto con agentes auxiliares aniónicos y/o no ionógenos, se muele hasta que el tamaño de las partículas de colorante es inferior a 10  $\mu$ ,

25.

se añade a continuación una solución de una resina en un disolvente limitadamente miscible con el agua, la cual contiene eventualmente otros aditivos más, en cantidad tal que se forme un sistema con dos fases líquidas, se agita hasta que el colorante pase a la fase orgánica y a continuación se precipita los granulados por adición de agua.

5. 4) Se deslíe la resina por agitación en un disolvente miscible con el agua y luego se añaden el colorante y agua. A continuación se separa por destilación el disolvente, eventualmente con adición de más agua. Una vez excluido por completo el disolvente, se deja enfriar y se separa el colorante por filtración.

10. Como disolventes limitadamente miscibles con el agua entran en cuenta preferentemente los que presentan una solubilidad en agua de unos 10 a 350 g por litro y un punto de ebullición superior a 90° C, preferentemente superior a 150° C, así como un punto de inflamación superior a 20° C, preferentemente superior a 40° C, como por ejemplo ésteres, como el acetato de etilglicol o el acetato de éter etilenglicolmonoetílico; alcoholes, como el butanol, el alcohol bencílico y el ciclohexanol; éteres, como el hexilglicol y el fenilglicol; o cetonas, como la ciclohexanona y la pentoxona (Shell). De éstos se prefieren la ciclohexanona, el isobutanol, el 2-butanol, el alcohol bencílico o el acetato de éter monoetílico de etilenglicol.

25.

Dado que los preparados de este invento son pobres en electrólito, es posible emplear también para la producción de pastas de estampar espesantes sensibles a los electrólitos, a diferencia de lo que ocurre con las preparaciones corrientes en el comercio de colorantes de dispersión. En este aspecto se han revelado como especialmente valiosos los espesantes a base de poliacrilo. Su viscosidad no es rebajada gran cosa por los preparados de este invento, lo cual resulta de importancia decisiva en la práctica.

Los nuevos preparados colorantes son fluidos, pobres en dispersante, pobres en electrólito, finamente dispersos, estables en dispersión, o sea no agregantes, y muy concentrados en colorante. Se mantienen estables tanto en almacenamiento prolongado a temperatura de 25 a 30° C como después de varias semanas de almacenamiento a 60° C, es decir, son poco viscosos, se pueden filtrar perfectamente y la alteración de su viscosidad es insignificante. Durante el almacenamiento se mantiene prácticamente inalterada la finura de distribución de los colorantes. Los nuevos preparados son distribuibles sin puntillamiento en los colores para estampación textil con todos los espesantes convencionales. Empleándolos en la estampación directa sobre material de poliéster no hay necesidad de ningún acelerador de la fijación, gracias al alto grado de fijación que se consigue con los nuevos preparados.

Una ventaja importantísima del empleo de los nuevos preparados en la estampación directa sobre material textil radica en que no se necesita ningún lavado ulterior del material teñido o sólo

5. un lavado con poca agua. Esto se debe al escaso contenido de dispersante, a la posibilidad de usar espesantes sintéticos a base de poliacrilo y al alto grado de fijación.

Las preparaciones obtenibles hasta ahora de colorantes de dispersión contienen la mayoría de las veces poco colorante junto a grandes cantidades de dispersantes que han de quitarse por lavado después de la fijación del colorante, lo que produce un gran recargo de las aguas residuales.

10. 15. Los nuevos preparados acuosos de colorante hallan empleo para la preparación de baños tintóreos o tintas de estampación acuosos, acuosoorgánicos u orgánicos o a base de una emulsión de agua-en-aceite. Estos son aptos para teñir o estampar por métodos continuos o discontinuos material orgánico, en particular materiales textiles sintéticos, como por ejemplo los de triacetato de celulosa, poliamidas sintéticas y especialmente poliéster. Las teñiduras pueden obtenerse por métodos de tinción, batanado o estampación. Se emplean para ello los aditivos que se utilizan de ordinario para la aplicación de colorantes de dispersión al material sintético. Los materiales pueden hallarse en las más diversas fases de elaboración.
- 20.
- 25.

En la tinción continua de tejidos mixtos de poliéster y material de celulosa se utilizan de ordinario colorantes de dispersión para la porción de poliéster y colorantes reactivos, entre otros,

5. para la porción de celulosa, actuando por el método de baño único en una sola etapa. Se producen entonces, como es sabido, reacciones indeseadas entre los dispersantes aniónicos del colorante de dispersión y el colorante reactivo, que conducen a considerables mer-

10. mas del rendimiento de las tinciones reactivas y por tanto a problemas para la reproducibilidad de las teñiduras, así como a mayor recargo de las aguas residuales.

Si en cambio se utilizan formulaciones de colorante de dispersión acordes con este invento,

15. los defectos en cuestión quedan eliminados por completo o en gran parte.

Los preparados colorantes de este invento pueden usarse también para la estampación de artículos planos por el principio de la impresión por transferencia.

20.

El método de la impresión por transferencia es de conocimiento general y está detallado, por ejemplo, en las patentes francesas 1.223.330, 1.334.829 y 1.585.119. En él se ponen en estrecho contacto con

25. el substrato que se ha de imprimir o estampar soportes llamados "auxiliares" que están impresos con tintas de estampar apropiadas y por acción de calor, y eventualmente de presión, se transfiere el colorante

del soporte al substrato.

- Como soportes auxiliares entran en cuenta artículos planos termoestables y estables también en las dimensiones, con superficie, con ventaja lisa, de papel, celofana, lámina metálica, etc. (véase la patente británica 1.190.889). Se prefiere el papel.

- La composición de las tintas de estampar se orienta según la naturaleza del substrato, el método de estampación, el material del soporte, etc.
10. Son usuales tanto las tintas de estampar acuosas como las hechas a base de disolvente, en particular las de base alcohólica. Por lo general se componen de un colorante sublimable, de un aglutinante, agua y/o un disolvente, eventualmente espesantes, eventualmente materias de relleno y eventualmente dispersantes.

- Los preparados acuosos de colorantes de dispersión a que se refiere este invento muestran la notable propiedad de dispersarse sin formar agregados y con estabilidad tanto en sistemas puramente acuosos como en sistemas acuosoalcohólicos de tintas de estampar.

- La transferencia se realiza de la manera ordinaria, por acción de calor. Para ello se ponen en contacto con los materiales textiles que se han de estampar los materiales de soporte tratados y se mantiene el contacto a temperatura de unos 120 a 210° C hasta que los colorantes conformes a la definición aplicados al material de soporte se hayan transferido

al material textil. Normalmente bastan para ello de 5 a 60 segundos.

5. Al final del tratamiento térmico se separa del soporte el material estampado. Este no necesita ningún tratamiento ulterior: ni tratamiento con vapor para fijar el colorante, ni lavado para mejorar las propiedades de solidez.

10. Substratos apropiados para la estampación por transferencia son preferentemente artículos planos como el vellón, el fieltro, los tapices y sobre todo los tejidos y géneros de punto de fibras sintéticas.

15. Si los nuevos preparados contienen aclaradores ópticos, se los puede emplear para la aclaración óptica de materiales textiles, por ejemplo por los métodos de extracción, de extracción a alta temperatura y de fulardeo térmico. Eventualmente pueden añadirse, para estabilizar el baño y/o lograr efectos de carrier, otros dispersantes apropiados u otros agentes auxiliares.

20. Otra aplicación para los preparados de aclarador óptico conformes a este invento es la aclaración de las masas para hilar.

25. Los ejemplos que van a seguir ilustran el invento sin limitarlo a ellos. Las partes significan partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso. Estos, mientras no se haga constar otra cosa, se refieren al peso total de los preparados. Las tem-

peraturas están expresadas en grados centígrados. Mientras no se indique otra cosa, las viscosidades están medidas a 20° C con un viscosímetro Brookfield del tipo LVT, de husillo 2, y a 50 rpm.

5. La filtrabilidad de los colorantes se determinó por medio del ensayo de filtración siguiente:

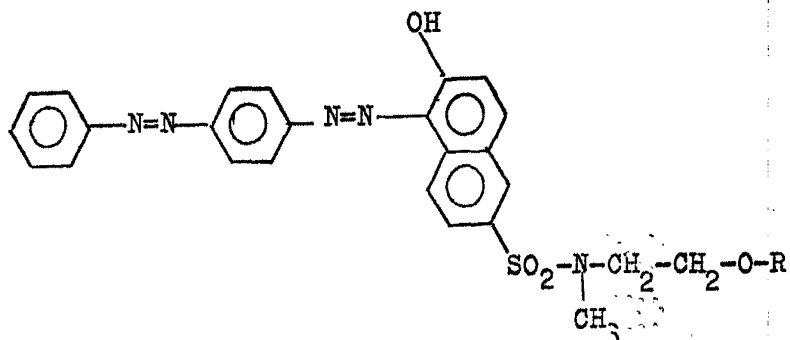
10. A una cantidad pesada de material molido se añaden 200 cc de agua desendurecida y se agita intensamente durante un minuto. La cantidad de material molido está medida de modo que la dispersión de ensayo contenga 1 por mil de la substancia activa colorante. Se filtra en un filtro de succión de porcelana, con un filtro duro de 7 cm de diámetro (filtro 597 de Schleicher & Schüll) y en vacío de unos 25 Torr, la dispersión diluída. El filtro duro 597 hace posible una filtración perfecta únicamente si la suspensión contiene partículas de colorante inferiores en esencia a 5 micras.

20.

Ejemplo 1

A. Resinificación del colorante

Se deslién por agitación en 200 g de ciclohexanona 120 g del colorante de dispersión de la fórmula



5. R = 50 % de H, 50 % de OC-CH<sub>3</sub>

en forma del colorante bruto seco, así como 6,32 g. de resina cetónica (producto de condensación de ciclohexanona y formaldehído). Después de calentar hasta más o menos la temperatura de ebullición, la resina y el colorante se disuelven por completo en el disolvente en el curso de una hora de agitación. Seguidamente se introducen en 10 a 15 minutos 1,5 litros de agua a 90-95°.

10. Se deja enfriar en agitación, con lo cual el colorante se sedimenta junto con la resina en forma de granulado pequeño, relativamente uniforme y fácil de decantar.

15. Después del enfriamiento completo, se detiene el agitador, lo que hace que el granulado se precipite rápidamente. Se decanta la solución sobrenadante, constituida por ciclohexanona, agua, impurezas del colorante y vestigios del material de partida, se vuelve a agitar bien el residuo con agua fresca, se filtra por succión y se lava el filtrado cuidadosamente sobre el filtro. A continuación se seca a 90-100°, en un secador de vacío, el residuo granuloso. Resultan alrededor de 120 g de colorante "resinado".

B. Composición del preparado colorante

- Se deslién por agitación 47,25 partes de este colorante "resinado" en 17 partes de 1,2-propilenglicol y 33 partes de agua con 2 partes de sulfonato de lignina y 3 partes de un polimerizado mixto, no ionógeno, de óxido de etileno y óxido de propileno y se muele en un molino de perlas hasta un tamaño de las partículas primarias muy inferior a las 5  $\mu$ . Se obtiene un preparado muy concentrado, flúido, estable en almacenamiento y que no se gelifica ni aún después de 14 días de guardarse a 60° C. El preparado contiene 44,0 % de colorante, 32,2 % de agua, 16,6 % de 1,2-propilenglicol, 3 % de polimerizado mixto no ionógeno, 2,2 % de resina cetónica y 2 % de sulfonato de lignina. En relación al colorante existe 5,3 % de resina cetónica.
- 5.
- 10.
- 15.

- Si en lugar de 47,25 partes del colorante resinificado se emplean 45 partes del colorante bruto de la fórmula anterior no tratado y se actúa en lo demás tal como se ha indicado en B, el colorante resulta mucho más difícil de remover y debe ser diluído constantemente con agua durante la molturación, para evitar que la masa molida se gelifique. Al llegar al mismo grado de molturación que antes, se obtiene un preparado colorante que únicamente contiene 22 % de colorante. Gelifica ya al cabo de pocas horas de reposo a la temperatura del ambiente y por reagregación
- 20.
- 25.

de las partículas finas pierde pronto la buena capacidad de filtración.

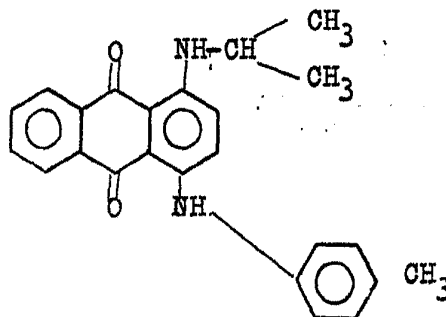
5. Si en lugar de 47,25 partes del colorante resinificado se emplean 45 partes del mismo colorante bruto que se han tratado previamente como en A, pero sin adición de resina cetónica, se obtiene un preparado flúido con 45 % de colorante, que sin embargo se gelifica a 60° ya al cabo de pocas horas y pierde la buena capacidad de filtración.

10.

Ejemplo 2

15. En una solución depositada de 5 partes de un éter poliglicólico de alcohol graso a base de alcohol cetílico y estearílico y 25 moles de óxido de etileno, más 40 partes de condensado de formaldehído y sodio naftalinsulfónico, en 585,8 partes de agua se deslien por agitación 11,2 partes de resina cetónica (resina acetofenónica) y 8,0 partes de etilcelulosa, así como 350 partes del colorante seco de la fórmula

20.



La resina cetónica, que se halla en forma de pastillas, y los copos de etilcelulosa se muelen preliminarmente juntos hasta finura de polvo en un molino de laboratorio, antes de desleírlos. La dilución lista se muele

- durante 4 horas en un molino de perlas con bolas de silicuarcita de 1 mm de diámetro, con lo cual el tamaño de las partículas del colorante se reduce en esencia hasta menos de 5  $\mu$ . Después de separar los
5. cuerpos molturadores, se mezclan 900 partes de la molienda obtenida con 900 partes de 2-butanol saturado de agua (regenerado), constituido por unas 643 partes de 2-butanol y 257 partes de agua, y se agita durante una hora. Se forma una mezcla de dos fases
10. líquidas. Se disuelven en la fase de 2-butanol saturado con agua la resina cetónica y la etilcelulosa y al mismo tiempo se proyecta en esta fase orgánica el colorante finamente molido. Al cabo de una hora se revoca por remoción de 6000 partes de agua fría
15. la fase de disolvente, se separa por succión el granulado fino que entonces se forma y se le lava cuidadosamente sobre el filtro de succión. El contenido de colorante de la torta de prensa resinificada, granulosa y húmeda, es de 44 %.
20. 600 partes de esta torta de prensa se deslíen con 112 partes de 1,2-propilenglicol, 12 partes de sulfonato de lignina y 25 partes del polimerizado mixto no ionógeno que se utilizó en el Ejemplo 1 y se muele durante 14 horas en un molino de perlas con bolas de
25. silicuarcita de 1 mm de diámetro. La dispersión que se separa de los cuerpos molturadores presenta extraordinaria estabilidad en almacenamiento. Después de

- guardar este preparado durante varios meses, la prueba de filtración resulta todavía perfecta en todos los sentidos. Aun después de guardarlo durante 14 días en recipiente herméticamente cerrado y a 60° en el
5. armario calefactor, la pasta es flúida y no aparece ninguna señal de recristalización incipiente del colorante.

- Si se actúa tal como se ha descrito antes pero al desleír el colorante no se añade resina cetónica ni etilcelulosa, se obtiene una dispersión flúida que al cabo de breve tiempo (después de 14 días de almacenamiento a la temperatura del ambiente o después de 12 a 24 horas a 60° C) contiene como sedimento una proporción muy acusada de colorante recristalizado en forma de agujas. A causa de esta recristalización la dispersión ya no es filtrable y por tanto resulta inútil para la práctica.
- 10.
- 15.

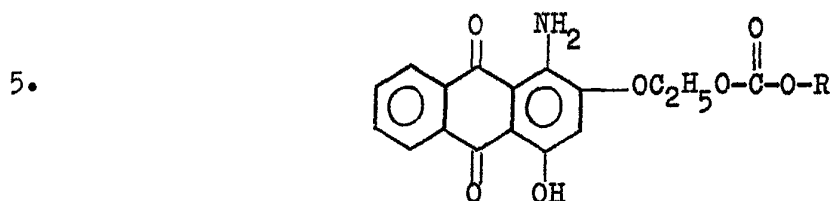
### Ejemplo 3

- En una solución depositada de 5 partes de éter poliglicólico de alcohol graso y 40 partes de condensado de formaldehído como el del Ejemplo 2 en 605 partes de agua se deslíen 350 partes del colorante azul del Ejemplo 2 y se muele la preparación durante 4 horas con bolas de silicuarcita de 1 mm de diámetro. Después de separar los cuerpos molturadores, se añade a esta dispersión una solución, preparada por separado, de 10,08 partes de la resina cetónica del Ejemplo 2 y 7,2 partes de etilcelulosa en 800 par-
- 20.
- 25.

- tes de 2-butanol saturado de agua y se mezcla intensamente durante 20 minutos. De este modo el colorante finamente molido se dispersa en la fase orgánica líquida que se sedimenta del agua y que contiene disueltas la resina cetónica y la etilcelulosa. Al cabo de 20 minutos se añaden 6000 partes de agua fría y se prosigue igual que se ha descrito en el Ejemplo 2. El contenido de colorante de la torta de prensa resinificada, granulosa y húmeda, es igualmente del
5. 44 %.
10. Se elabora esta torta de prensa tal como se ha descrito en el Ejemplo 2 para componer un preparado colorante líquido que presenta las mismas propiedades que el de dicho ejemplo.
15. Si se actúa tal como se ha descrito antes pero añadiendo después de la molturación del colorante 800 partes de 2-butanol saturado de agua desprovisto de resina cetónica y de etilcelulosa, se obtiene una dispersión líquida que ya al cabo de breve tiempo
20. (después de 14 días de almacenamiento a la temperatura del ambiente o después de 12 a 24 horas a 60° C) contiene como sedimento una proporción muy acusada de colorante recristalizado en forma de agujas. A causa de esta recristalización, la dispersión no es ya filtrable y por lo tanto resulta inútil para la práctica.
- 25.

Ejemplo 4

Se deslien en 200 g de ciclohexanona 100 g de la mezcla de colorantes de la fórmula



R = 47,4 % de C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, 52,6 % de C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>

10. y 5,5 g de la resina cetónica del Ejemplo 1.

Después de calentar hasta la temperatura de ebullición aproximadamente, la resina y el colorante se disuelven por completo con una hora aproximadamente de agitación. Se introducen entonces despacio 1,6 litros de agua a 90-95° y a continuación se deja enfriar, en agitación. Cuando cesa el movimiento del agitador, la fase orgánica se deposita en el fondo del recipiente. Se decanta la mezcla sobrenadante de ciclohexanona y agua y luego se vuelve a remover el residuo con 1,6 litros aproximadamente de agua fría. El colorante, recubierto por la resina, se granula finamente y puede ser separado bien por filtración en un filtro de succión. Se lava intensamente con agua el residuo y se le seca a 80-90° en el armario secador de vacío. Resultan alrededor de 95 g de colorante "resinificado".

15.

20.

25.

Con este colorante "resinificado" se compone exactamente igual que se ha descrito en el Ejem-

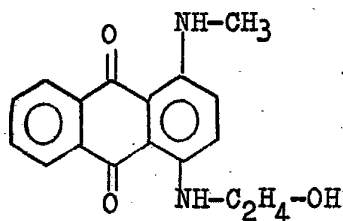
plo 1 un preparado tintóreo, y se obtiene un preparado flúido, estable en el almacenamiento y cuya buena filtrabilidad se conserva aún después de meses.

5. Si en cambio se emplea para componer el preparado tintóreo, procediendo en lo demás de la misma manera, la mezcla de colorantes no tratada o la mezcla de colorantes tratada previamente tal como se ha descrito antes pero sin adición de resina cetónica, se obtienen preparados inestables, que tienden fuertemente a la reagregación.
- 10.

Ejemplo 5

Se deslien en 100 g de ciclohexanona 8,75 g de la resina cetónica del Ejemplo 1 y 50 g del colorante de dispersión, azul, de la fórmula

15.



(como producto secundarios están contenidos los compuestos 1,4-dimonometilamínicos o 1,4-dihidroxietilamínicos)

20.

en forma de colorante bruto seco y se mantiene la dilución a temperatura de 95° durante 60 minutos. Después de este tiempo de tratamiento se añaden despacio 700 cc de agua, igualmente a 95°, y se deja enfriar todo ello hasta la temperatura del ambiente mientras

25.

se prosigue la agitación. En cuando se detiene el agitador el colorante "resinificado", granuloso, se depo-

sita rápidamente, por lo que puede separarse por succión el líquido sobrenadante. Mediante nueva adición de unos 700 cc de agua se libra al granulado del disolvente adherido pertinazmente. Filtrando por succión, lavando intensamente con más agua y secando en el armario secador de vacío se obtiene un granulado de colorante "resinificado" que está exento de disolvente.

316 partes de este granulado se deslían fácilmente por removimiento en 170 partes de glicerina y 464 partes de agua en las que están disueltas 20 partes de sulfonato de lignina y 30 partes de un aducto de óxido de etileno y óxido de propileno y se muele finamente la dilución con arena de Ottawa en un molino de arena abierto, hasta obtener una muestra de filtración impecable. La duración de la molturación es de 16 a 18 horas.

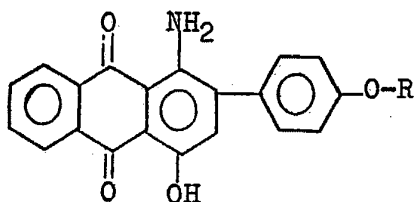
Después de separar la arena y de desespumar con 1 a 2 partes de antiespumante, se obtiene un preparado flúido, de extraordinaria estabilidad de almacenamiento aún a temperaturas hasta 40° C.

Si en lugar del colorante "resinificado" según el procedimiento del invento se utilizan 300 partes de colorante bruto, procediendo en lo demás de la misma manera resulta una pasta gelificada, con viscosidad superior a 10'000 cP (viscosímetro Brookfield LVT, husillo 2), que al cabo de breve tiempo de almacenamiento a temperatura alta se gelifica en un aceite irreversible.

Ejemplo 6

Se deslién en 100 g de ciclohexanona 3,6 g de una resina cetónica (producto de condensación de ciclohexanona y formaldehído) y 70 g de la mezcla azul de colorantes de dispersión de la fórmula

5.



10.

R = 50 % de H, 50 % de CH<sub>3</sub>

como colorantes brutos secos. Después de calentar a 90-100° durante 30 minutos, se añaden sucesivamente alrededor de 700 cc de agua caliente a 70-80°, lo que hace que se precipite en forma granulosa el colorante junto con la resina. Tras el enfriamiento y la detención del dispositivo agitador, el granulado formado se sedimenta rápidamente. Se separa cuidadosamente por succión la mezcla de disolvente y agua y se capta el disolvente residual por adición de otros 700 cc de agua fría. El granulado se puede separar por succión y lavar con agua sin problemas. Se le seca a 90-100° en el armario secador de vacío.

15.

20.

25.

30 partes de este granulado se pueden desleír fácilmente de la manera que se ha descrito en el Ejemplo 1 con 1,5 partes de sulfonato de lignina, 2 partes de condensado de óxido de polietileno y óxido de polipropileno, 20 partes de 1,2-propilenglicol y

46,5 partes de agua, formando una "lechada" flúida que es posible moler en el molino de perlas durante 5 horas para que en la prueba de filtración la muestra se precipite perfectamente. Después de separar

5. los cuerpos molturadores y de desespumar por completo, resulta un preparado estable con viscosidad de unas 1600 cP.

En cambio, las mismas partes de colorante bruto no tratado no pueden convertirse por molturación en una suspensión fina que contenga 30 % de colorante, porque la viscosidad, durante el removimiento para formar una lechada, está por encima de 2000 cP y al cabo ya de breve tiempo de iniciarse la molturación la suspensión se gelifica convirtiéndose en una masa

10. que ya no es removible.

15.

#### Ejemplo 7

En 970 partes de una solución, ajustada a pH 6,8 con lejía de sosa cáustica, de 0,25 % de un ácido poliacrílico de peso molecular alto en agua destilada se deslíen por agitación 30 partes del preparado colorante obtenido según el Ejemplo 6 y se homogeneiza bien. Resulta una pasta de estampar con viscosidad de unas 28'000 cP (viscosímetro Brookfield RVT, husillo 4, 6 rpm a 20° C).

20.

Con esta pasta de estampar se estampa en una rotativa de huecograbado (estampación con rodillos) un tejido de poliéster. A continuación se seca a 100 - 140° y se fija con vapor a alta temperatura, durante

25.

8 minutos a 180°, el tejido estampado.

En lugar de esta fijación llamada HTS ("a alta temperatura) puede aplicarse igualmente bien una fijación en seco (termosolización) a 200-210° durante un minuto.

5.

Con la operación de fijación el género queda listo para el uso. Resulta un estampado de poliéster de tacto suave, gran brillo y óptima intensidad de color. El grado de fijación del colorante azul es superior al 98 %. En consecuencia no hay necesidad de lavar finalmente el tejido estampado y fijado, porque el tacto que se logra y las propiedades de solidez satisfacen plenamente los requisitos exigidos por la práctica.

10.

15.

#### Ejemplo 8

En 950 partes de una solución, ajustada a pH 6,8 con lejía de sosa cáustica, de 0,3 % de un ácido poliacrílico de peso molecular alto en agua destilada se deslíen por agitación 50 partes del preparado colorante rojo obtenido según el Ejemplo 1, primer párrafo, y se homogeneiza bien. Resulta una pasta de estampar con viscosidad de unas 35'000 cP (viscosímetro Brookfield RVT, husillo 4, 6 rpm a 20°).

20.

Con esta pasta de estampar se estampa en una rotativa para estampación con película un tejido o género de punto de poliéster. A continuación se le

25.

5. seca preliminarmente a 100-140° y una vez seco se le fija con vapor de alta temperatura, durante 8 minutos a 180°. En lugar de este tratamiento con vapor de alta temperatura puede efectuarse también una fijación seca de un minuto a 200-210°.

10. Después de la fijación se lava la cinta textil muy brevemente en una tina de aspadera o una instalación de lavado continuo, a temperatura de 20° a 50° de los baños. La cantidad ínfima de espesamiento sintético utilizado y la escasísima proporción de colorante no fijado se pueden quitar rápida y fácilmente del tejido, en frío o en tibio, a causa de la buena solubilidad del espesante.

15. Resultan tonos violados brillantes, de color intenso y buenas propiedades de resistencia al lavado, al agua y al frote. El grado de fijación del colorante es superior al 95 %.

#### Ejemplo 9

20. Se deslíen por agitación y se homogeneizan 30 partes de un preparado colorante líquido, formulado según el Ejemplo 2, en 500 partes de un espesamiento generador de la composición siguiente:

25. 15 partes de espesamiento de alginato sódico,  
259 partes de agua,  
1 parte de formalina,  
150 partes de una solución acuosa al 20 % de alcohol polivinílico que contiene como componente copolimérico 10 a 17 % de acetato de polivinilo y

75 partes de solución acuosa al 10 % de un agente humectante y desespumante (que contiene sulfato de éter nonilfenoldiglicólico, aceite de silicona y un disolvente).

5. Por último, se diluye todavía con agua suficiente para que la viscosidad sea de 15 aproximadamente en el fluidímetro de Lefranc.

10. Con este color de estampación se imprime en una máquina de huecograbado con ácido acético una cinta de papel apropiada, a la velocidad de impresión de 60 m/minuto, y se seca.

15. Después de un calandrado térmico de 35 segundos a temperatura de 210° en contacto con un tejido o género de punto de poliéster, se origina sobre éste una impresión de color azul turquí verdoso, puro, con excelentes propiedades generales de solidez.

#### Ejemplo 10

20. En una solución depositada de 724 partes de agua que contiene 160 partes de di-(6-sulfonaftil-2)-metano y 40 partes de un éter poliglicólico de alcohol graso a base de alcohol cetílico y estearílico y 25 moles de óxido de etileno se deslíen por agitación 2616 partes de una torta de prensa al 50 % aproximadamente del colorante del Ejemplo 2. La dispersión obtenida se muele hasta que es cernible por un filtro grueso.
25. Se recubre esta dispersión con una solución compuesta

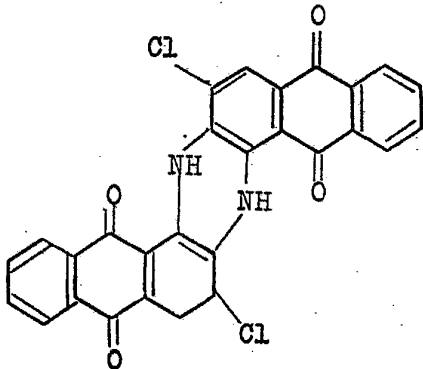
- de 2460 partes de regenerado de butanol secundario (73 % de butanol secundario y 27 % de agua), 32 partes de resina acetofenónica y 21,3 partes de etilcelulosa. Con agitación intensa se dispersa el colorante en la fase orgánica. Se añaden 8000 partes de agua, se separa por filtración el granulado que se forma, se le lava cuidadosamente sobre el filtro de succión y se le seca a 90 - 100°.
- 5.
10. 927,5 partes del granulado así obtenido se deslíen por agitación en una solución que contiene 963 partes de agua, 590 partes de 1,2-propilenglicol, 21 partes de formalina al 37 %, 9 partes de cloroacetamida, 44,5 partes de sulfonato de lignina y 84 partes del polimerizado mixto, no ionógeno, que se empleó en el Ejemplo 1 y a continuación se muele hasta que el tamaño de las partículas primarias se halla en su mayor parte por debajo de 5  $\mu$ . Después de separar los cuerpos molturadores se añaden todavía 391 partes de agua.
- 15.
20. Se obtiene una dispersión de colorante constituida por:
- 30,0 % de colorante,  
0,9 % de resina acetofenónica,  
0,6 % de etilcelulosa,  
1,5 % de sulfonato de lignina,  
3,0 % de polimerizado mixto de óxido de etileno y óxido de propileno,  
0,3 % de cloroacetamida,
- 25.

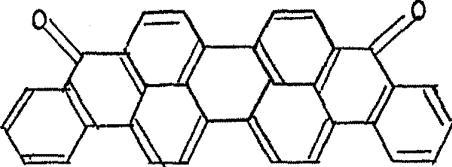
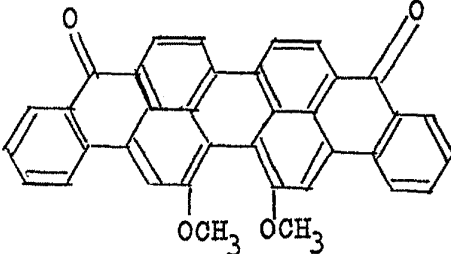
0,7 % de formalina al 37 %,  
20,0 % de propilenglicol y  
43,0 % de agua.

5. Esta dispersión presenta excelente estabilidad en almacenamiento. Después de guardarla por varios meses, la prueba de filtro de este preparado resulta todavía absolutamente impecable. Aún después de guardarla durante 14 días en recipiente herméticamente cerrado dentro del armario calentador, a 60°,  
10. la pasta se mantiene flúida y no aparece señal ninguna de recristalización incipiente del colorante.

Ejemplos 11 a 13

15. Si se actúa tal como se ha descrito en el Ejemplo 2 pero en lugar del colorante de dispersión se emplean las mismas cantidades de los colorantes de tina reseñados en la tabla que sigue, se obtienen preparados colorantes con estabilidad de almacenamiento igualmente buena.

Ejemplo	Colorante
20.	
25.	11

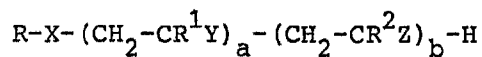
Ejemplo	Colorante
5.	<div style="display: flex; align-items: center; justify-content: center;"> <div style="margin-right: 20px;">12</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 10px; text-align: center;">  </div> <div style="margin-left: 20px;">Br 1-2</div> </div>
10.	<div style="display: flex; align-items: center; justify-content: center;"> <div style="margin-right: 20px;">13</div> <div style="text-align: center;">  </div> </div>

15.

Ejemplo 14

Si se actúa como en el Ejemplo 2 pero en lugar de 12 partes de sulfonato de lignina se emplean 8 partes de un dispersante aniónico de la fórmula general

20.



(Polywet KX-3 o Polywet KX-4 o Polywet KX-5),

se obtienen preparados colorantes con estabilidad de almacenamiento igualmente buena.

Ejemplo 13

Se deslíen por agitación en 100 g de etanol 6,5 g de resina acetofenónica. Una vez disuelta la resina, se añaden 350 g del colorante del Ejemplo 2, en forma de torta de prensa con 45 % de contenido de colorante, y 400 cc de agua. Se calienta y se separa completamente por destilación el etanol, reemplazando el destilado por cantidades correspondientes de agua. Luego se enfría hasta 70°, se filtra en un filtro de succión, se enjuaga con 2 litros de agua y se separa bien por succión. Se obtienen 180 g de colorante "resinificado" con un contenido de materia seca de 80 %.

330 partes del colorante "resinificado" se deslíen con 112 partes de 1,2-propilenglicol, 12 partes de sulfonato de lignina, 25 partes de polimerizado mixto de óxido de etileno y óxido de propileno y 270 partes de agua y se muele la dilución en un molino de perlas de vidrio, hasta tamaño de 1 a 2  $\mu$  de las partículas primarias. Después de separar los cuerpos molturadores, se obtiene una dispersión de excelente estabilidad en almacenamiento.

-.-

N O T A

Se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para preparar colorantes acuosos a base de colorantes difícilmente solubles en agua especialmente para la obtención de pastas de imprimir, caracterizado porque en una primera fase se obtienen granulados que contienen el colorante conforme a la definición, difícilmente soluble en agua y finamente disperso, y una resina, los cuales, en una segunda fase, se muelen en agua con adición de un dispersante, a lo menos, aniónico y/o no ionógeno e incorporando eventualmente, los demás componentes antes de la operación de molturación, durante ella o después de ella de la que se origina un preparado cuyas partículas tienen un tamaño menor de 10  $\mu$  y en particular menor de 2  $\mu$ .

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque para su realización los granulados se producen, en la primera fase del proceso, disolviendo en un disolvente limitadamente miscible con el agua, eventualmente con calentamiento, un colorante difícilmente soluble en agua, junto con una resina, añadiendo despacio la solución a agua y separando por filtración los granulados, eventualmente después de enfriamiento.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque, en una variante de su realización, en la primera fase del proceso los granulados se producen removiendo en agua el colorante difícilmente soluble en agua, junto con agentes auxiliares aniónicos y/o no ionógenos, añadiendo una dispersión molida de la resina en agua, que eventualmente contiene otros aditivos más, moliendo luego hasta que el tamaño de las partículas del colorante es inferior a

10  $\mu$ , añadiendo un disolvente limitadamente miscible con el agua, en cantidad tal que se forme un sistema con dos fases líquidas, removiendo hasta que el colorante pase a la fase orgánica y precipitando a continuación los granulados por adición de agua.

5. 4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en otra variante de su realización, los granulados se producen en la primera fase del proceso depositando en agua el colorante difícilmente soluble en agua, junto con agentes auxiliares aniónicos y/o no ionógenos, moliendo hasta que el tamaño de las partículas del colorante es inferior a 10  $\mu$ , añadiendo a continuación, una solución de una resina en un disolvente limitadamente miscible con el agua, que eventualmente contiene otros aditivos más, en cantidad tal que se forme un sistema con dos fases líquidas, agitando hasta que el colorante pase a la fase orgánica y precipitando a continuación los granulados por adición de agua.

15. 5. Procedimiento según las reivindicaciones 3 a 4, caracterizado porque en la primera fase del proceso se selecciona en calidad de disolvente limitadamente miscible con el agua para producir la granulación, la ciclohexanona, el isobutanol, el 2-butanol, el alcohol bencílico o el acetato de éter monoetílico de etilenglicol.

20. 6. Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el proceso conduce a la obtención de un preparado colorante que contiene agua, un colorante finamente disperso cuya solubilidad en percloroetileno hirviendo es inferior a 0,5 g/kg, dispersante aniónico y/o

POOR  
QUALITY

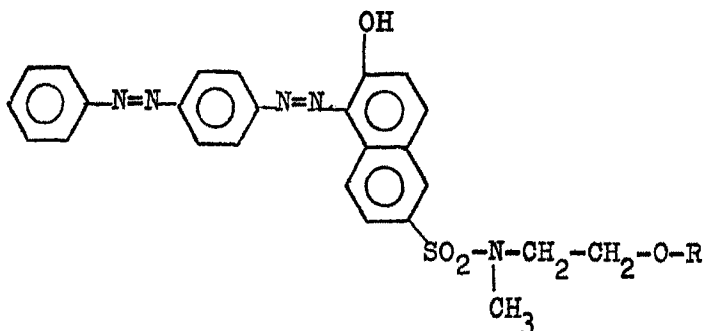
no ionógeno, una resina que presente afinidad para el colorante y sea mejor soluble que éste en un disolvente limitadamente miscible con el agua, y eventualmente otros aditivos.

5. 7. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores caracterizado porque en una realización preferente el preparado colorante obtenido contiene a lo menos 10 % en peso de agua, 25 a 60%, más especialmente 35 a 50%, en peso de un colorante difícilmente soluble en agua y finalmente disperso, 0,1 a 5% más especialmente 0,5 a 2%, en peso de un dispersante anionactivo y/o 0,1 a 5 %, más especialmente 0,5 a 2%, en peso de un dispersante no ionógeno, una resina y eventualmente otros aditivos, hallándose se la resina en cantidad de 1 a 10 %, más especialmente 3 a 7%, en peso respecto al colorante.
- 10.
- 15.

8. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por seleccionarse en calidad de colorante para su realización, un colorante difícilmente soluble en agua, que presenta escasa hidrofilia y en suspensión acuosa concentrada tiende a la formación de geles tixotrópicos o a la recristalización, elegidos entre uno o varios de los colorantes siguientes:

20.

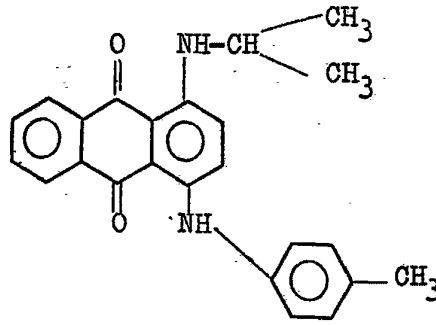
25.



donde

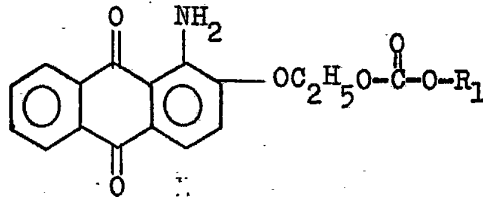
R significa H o OCCH<sub>3</sub> ,

5.



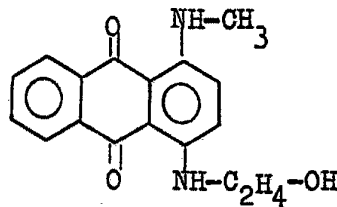
10.

donde



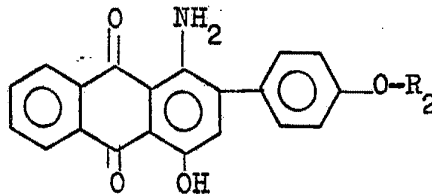
R<sub>1</sub> significa C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> o C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>,

15.



20.

donde



R<sub>2</sub> significa H o CH<sub>3</sub>.

9. Procedimiento según la reivindicación

1, caracterizado porque para su realización se prefiere como dispersante anionactivo un sulfonato de lignina.

25.

10. Procedimiento según la reivindicación

1, caracterizado porque para su realización se prefiere como dispersante no ionógeno un copolimerizado de óxido de etileno y óxido de propileno con un contenido de óxido de

etileno de 65 % en peso por lo menos y preferentemente de 80 % en peso por lo menos.

5. 11. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque para su realización se prefiere como componente resina una resina sintética, en particular una resina cetónica, más especialmente un producto de condensación de acetofenona y formaldehído, y en particular de ciclohexanona y formaldehído.
10. 12. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por preferirse para su realización en calidad de otros aditivos, anticongelantes higroscópicos, agentes antimicrobianos, fungicidas, antiespumantes, agentes mejoradores de la viscosidad o compuestos complejadores.
15. 13. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en una forma particular de realización se obtiene un preparado que contiene a lo menos 20 % en peso de agua, 25 a 60 %, más particularmente 35 a 50%, en peso de un colorante difícilmente soluble en agua y finamente disperso, 0,1 a 5% más particularmente 0,5 a 2%, en peso de un sulfonato de lignina, 0,1 a 5 %, más particularmente 1 a 3 %, en peso de un copolimerizado de óxido de etileno y óxido de propileno con 65 %, más particularmente 80%, en peso a lo menos de contenido de óxido de etileno y una resina, así como eventualmente otros aditivos, hallándose la resina en cantidad de 1 a 10%, más particularmente 3 a 7%, en peso respecto al colorante.
20. 25.

14. Procedimiento para preparar colorantes acuosos a base de colorantes difícilmente solubles en agua.

Según se describe y reivindica en la presente

1567

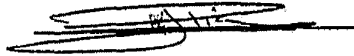
memoria descriptiva que consta de 44 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 28 Diciembre 1978

p.a.

JAI ME ISE RN

p. p.



Firmado: JESUS PICAZO