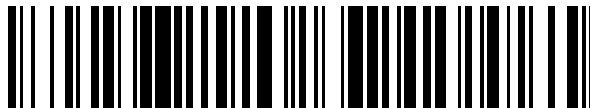


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 462 763**

51 Int. Cl.:

**C09B 67/00** (2006.01)

**D21H 21/28** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.01.2010 E 10701384 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.04.2014 EP 2393882**

54 Título: **Dispersiones acuosas de colorantes**

30 Prioridad:

**04.02.2009 EP 09152097**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**26.05.2014**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**LAUTENBACH, HOLGER;  
TRABER, RAINER, HANS y  
URBING, HEIDEMARIE**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 462 763 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

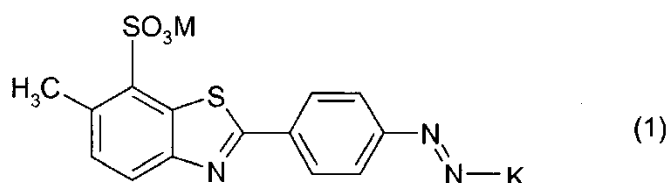
Dispersiones acuosas de colorantes

La presente invención se refiere a dispersiones acuosas de colorantes estables durante el almacenamiento, a un procedimiento para su preparación y al uso de las mismas para dar color, en particular al papel.

- 5 Generalmente se conocen dispersiones de colorantes directos. Por ejemplo, se conocen las dispersiones de colorantes directos basados en DHTPTA (ácido dehidrotio-p-toluidinosulfónico) como la sal de sodio. No obstante, estas sales se pueden diluir lentamente únicamente con agua. Además, es difícil obtener dispersiones altamente concentradas de sales de colorantes directos.

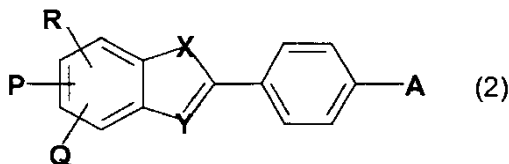
El documento WO 2003/064539 divulga una solución acuosa de colorantes, que comprende

- 10 a) de 5 a 30% en peso de un colorante de la fórmula



- 15 en la que K es un residuo de un componente de acoplamiento de la serie de acetoacetanilida, piridona, pirazolona o pirimidina y M es hidrógeno, un metal alcalino o metal alcalino térreo, amonio o alquilamonio,

- b) de 0,05 a 5 % en peso de uno o más compuestos de la fórmula



- 20 en la que A es un sustituyente específico, X representa O, S o NR<sub>1</sub>; Y representa N o CR<sub>1</sub> y P, Q y R, independientemente uno de otro, representan hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-, SO<sub>3</sub>M, -PO<sub>3</sub>M -CO<sub>2</sub>M, -OH, -NO<sub>2</sub> o -COR<sub>1</sub>,

- c) una base orgánica o inorgánica o mezclas de los mismos,  
d) si se desea, aditivos adicionales, y  
e) agua.

- 25 El documento EP 0 747 450 divulga un procedimiento para la preparación de dispersiones de colorantes estables durante el almacenamiento de sales de metales alcalinos de colorantes directos azo aniónicos estabilizados con agentes potenciadores de la viscosidad, que comprende preparar una pasta acuosa de una sal de metal alcalino de un colorante directo azo, teniendo dicha sal una solubilidad en agua a 25° C de aproximadamente 15 % en peso, mediante acoplamiento azo de una o más sales de diazonio aromáticas con uno o más acopladores al tiempo que
- 30 mantienen un pH de al menos aproximadamente 5 añadiendo un compuesto de metal alcalino básico en ausencia de una base que contiene nitrógeno; agitar opcionalmente la pasta acuosa a una temperatura de 5° C a 100° C durante hasta aproximadamente seis horas; enfriar opcionalmente la pasta acuosa a una temperatura de 5° C a 40° C; y añadir a la pasta acuosa un agente potenciador de la viscosidad en una cantidad suficiente para obtener una viscosidad de 500 a 5000 centipoise y de 0 a 10 % en peso, en base al peso total de la dispersión de colorante, de
- 35 un humectante, formando de este modo la dispersión de colorante estable durante el almacenamiento. El agente potenciador de la viscosidad es, por ejemplo, un polisacárido aniónico, tal como goma xantana.

- El documento WO 2005/054376 divulga preparaciones concentradas acuosas de colorantes estables durante el almacenamiento de colorantes aniónicos que se pueden producir en las que una solución o suspensión acuosa de al menos un compuesto aniónico en bruto diazo de ácido naftalinosulfónico se somete a ultrafiltración y posterior
- 40 concentración y en las que no se usan solubilizantes, dispersantes o tensioactivos adicionales. La ultrafiltración se lleva a cabo con el fin de eliminar sales y subproductos de síntesis. Los contraiones de las funciones aniónicas se intercambian por alcanolamina o sales de alcanolamonio en una realización particularmente preferida y por

trietanolamina, 1-amino-2-propanol o trietanolamonio clorhidrato en una realización particularmente preferida. Las soluciones se pueden sombrear o mezclar con colorantes aniónicos adicionales, por ejemplo C.I. Amarillo directo 137, C.I. Amarillo directo 168, C.I. Amarillo directo 147, C.I. Amarillo directo 170, C.I. Amarillo directo 148 y C.I. Directo Amarillo directo 157.

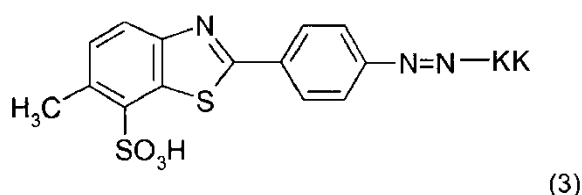
5 El documento WO 01/90257 divulga un procedimiento para preparar soluciones de compuestos orgánicos aniónicos, por ejemplo colorantes azo que contienen al menos un grupo sulfo, que comprende acidificar una solución o suspensión acuosa de un compuesto orgánico aniónico que contiene sales y/o impurezas, de modo que el compuesto orgánico aniónico es insoluble en agua y precipita en forma del ácido libre y llevar la suspensión a un contenido en sal inferior a 2% en peso, en base al peso total de la fracción retenida, por medio de ultrafiltración con una membrana que tiene diámetros del poro de 0,001 a 0,02  $\mu\text{m}$ . De acuerdo con lo anterior, el procedimiento constituye un procedimiento de convertir compuestos orgánicos aniónicos que están en una forma de sal poco soluble en una forma fácilmente soluble mediante la conversión intermedia de algunos o todos los grupos ácidos en la forma ácida y, después, llevar a cabo neutralización con bases adecuadas.

15 No obstante, todavía no se conoce una dispersión acuosa estable de colorante que comprende un colorante directo aniónico en su forma ácida y un aditivo adecuado.

Por tanto, el objeto subyacente a la presente invención es proporcionar formulaciones rentables y ecológicas de formulaciones de colorantes directos con una fuerza de color elevada.

Este objeto se consigue de acuerdo con la presente invención mediante una dispersión acuosa de colorantes, que comprende

20 (a) de 2,0 a 30,0 % en peso, en base a la suma de (a), (b) y (c), de un colorante de la fórmula (3)



en la que

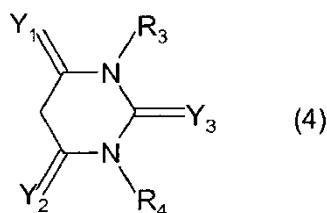
25 KK es un residuo de un componente de acoplamiento; preferentemente de la serie de acetoacetanilida, piridona, pirazolona o pirimidina;

(b) de 0,1 a 20,0 % en peso, en base a la suma de (a), (b) y (c), de un aditivo seleccionado del grupo que consiste en agentes humectantes, agentes dispersantes, modificadores reológicos y conservantes; y

(c) de 50,0 a 97,9 % en peso, en base a la suma de (a), (b) y (c), de agua.

30 Como se usa en el presente documento, el colorante de fórmula (3) se denomina también "(a)", el aditivo mencionado anteriormente "(b)" y el agua "(c)".

Una suspensión acuosa de colorante preferida de acuerdo con la presente invención comprende un colorante de fórmula (3) en el que el componente de acoplamiento del que deriva KK es de la fórmula



35 en la que

$Y_1$  e  $Y_2$  independientemente uno de otro son =O, =NH o =N-alquilo  $C_1-C_4$ , siendo, preferentemente, =O o =NH y siendo idénticos entre sí,

$Y_3$  es =O, =S, =NH, =N-alquilo  $C_1-C_4$  o =N-CN, especialmente =O, =NH o =N-CN y

40  $R_3$  y  $R_4$  independientemente uno de otro son, cada uno, hidrógeno, alquilo  $C_1-C_6$  sustituido o insustituido o fenilo sustituido o insustituido.

5 Dentro del alcance de la fórmula (4) anterior, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> es, por ejemplo, metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, sec-butilo o terc-butilo. Cuando en la fórmula (4) anterior R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> son alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> sustituidos o no sustituidos, estos son, por ejemplo, metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, sec-butilo o terc-butilo, pentilo o hexilo de cadena lineal o ramificada, o ciclohexilo, cada uno de los cuales puede estar monosustituido o polisustituido por, por ejemplo, hidroxilo, alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o hidroxialcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>.

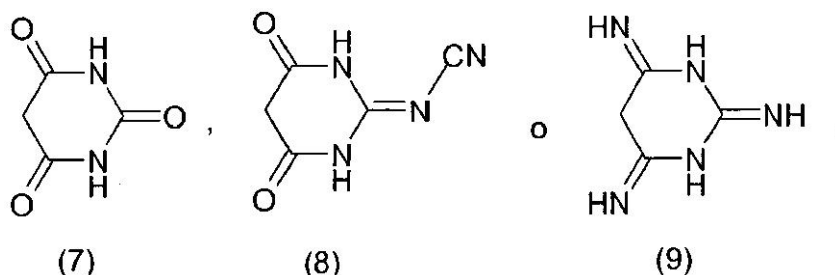
Ejemplos de alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> adecuadamente sustituidos son: metoximetilo, etoximetilo, etoxietilo, etoxipropilo, n-propoximetilo, isopropoximetilo, butoximetilo, butoxietilo, butoxipropilo, etoxipropilo, metoxibutilo, etoxipentilo y 2-hidroxietoxipentilo.

10 R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> de fenilo sustituido o no sustituido pueden ser, por ejemplo, el propio fenilo o fenilo que está monosustituido o polisustituido por radicales idénticos o diferentes.

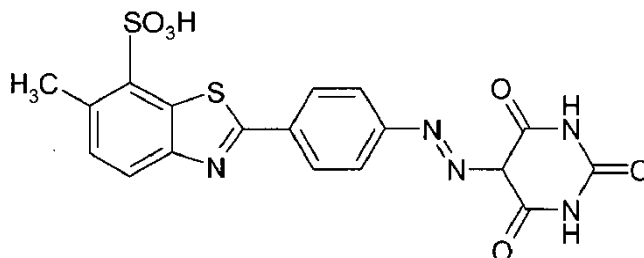
Ejemplos de dichos radicales son: metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, sec-butilo, terc-butilo, metoxi, etoxi, n-propoxi, isopropoxi, n-butoxi, sec-butoxi, terc-butoxi, halógeno tal como flúor, cloro o bromo o nitro.

Preferentemente, R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> son fenilo insustituido.

15 Preferentemente, en el colorante de fórmula (3), KK deriva de un componente de acoplamiento seleccionado de las fórmulas



Colorantes preferidos de fórmula (3) de acuerdo con la presente invención son compuestos de la fórmula:



20 Los agentes humectantes usados de acuerdo con realizaciones de la presente invención se usan, en general, para humedecer la superficie de las partículas del colorante. Agentes humectantes adecuados son, por ejemplo, etoxilatos de C<sub>10</sub>-oxoalcohol con 3-8 unidades de óxido de etileno, etoxilatos de alcohol de gueret C<sub>10</sub> con 3-8 unidades de óxido de etileno, etoxilatos de alcohol graso C<sub>12-14</sub> con 3-8 unidades de óxido de etileno, sal de sodio de diisobutilamida de ácido oleico sulfonatado, sale de sodio de ácido dibutilnaftalina sulfónico, (2-  
25 etilhexil)sulfosuccinato sódico, 2,4,7,9-tetrametil-5-decino-4,7-diol.

Los agentes dispersantes usados de acuerdo con realizaciones de la presente invención se usan, en general, con el fin de dificultar la formación de agregados grandes de colorantes que tienden a sedimentar más rápido. Agentes dispersantes adecuados pueden comprender compuestos aromáticos con grupos negativos, por ejemplo productos de condensación de ácido naftalenosulfónico (por ejemplo, como la sal de sodio: Tamol® NN 4501 de BASF S.A.).  
30 Estos compuestos generalmente se absorben en las partículas de colorante y les proporcionan una carga negativa. Como resultado, las partículas de colorante con carga negativa tienden a repelerse unas a otras. Otro grupo de agentes dispersantes adecuados comprende polímeros que adsorben en las partículas de colorante y, por tanto, dificultan que las superficies de las partículas de colorante entren en contacto estrecho, un fenómeno que se puede denominar repelencia estérica.

35 Los modificadores reológicos (que se van a denominar "espesantes") proporcionan a la dispersión que comprende el colorante, en general, una viscosidad estructural (que se puede denominar también "conducta pseudoplástica"). Modificadores reológicos adecuados son, por ejemplo, poliácridamidas o polisacáridos como, por ejemplo, xantana (por ejemplo, Kelzan®)002E). Modificadores reológicos adecuados adicionales son, por ejemplo, sistemas basados

en carbopoles (polímeros de ácido acrílico de peso molecular alto), carboximetilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa (por ejemplo, Klucel®), metilcelulosa, alginatos, polietilenglicol, alcohol polivinílico, polivinilpirrolidona y poliuretano (por ejemplo, Tafigel® PUR 61 of Münzing Chemie GmbH, Heilbronn).

5 Modificadores reológicos particularmente preferidos son, por ejemplo, un polímero de ácido acrílico hidrofóbicamente modificado (que se puede obtener, por ejemplo, en Münzing Chemie GmbH, Heilbronn con el nombre comercial Tafigel® AP 10), un polímero acrílico hidrófilo altamente reticulado (que se puede obtener, por ejemplo, en Ciba AG con el nombre comercial Salcare® SC 92) y una poliacrilaminda aniónica con un peso molecular bajo (que se puede obtener, por ejemplo, en Ciba AG con el nombre comercial Rheovis® CTA-161). Adicionalmente, la xantana, un polisacárido aniónico producido a partir de bacterias es un modificador reológico muy adecuado.

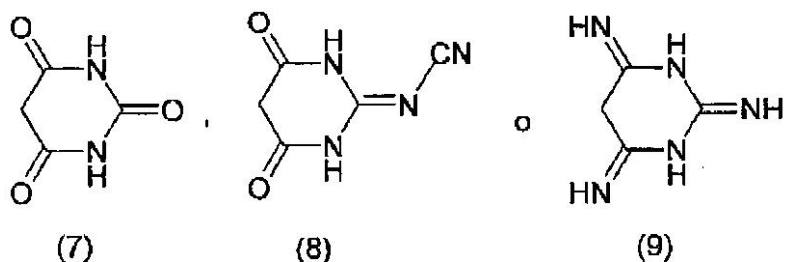
10 Se puede usar poliacrilato sódico (por ejemplo, Hydropalat® N de Cognis) como agente dispersante y agente humectante.

Los conservantes (que se van a denominar también "biocidas") usados en realizaciones de la presente invención se usan, en general, para proteger las dispersiones acuosas de colorantes contra microorganismos. Biocidas particularmente preferidos usados de acuerdo con la presente invención son 2-metil-2H-isotiazol-3-ona y 1,2-benzisotiazol-3(2H)-ona, solos o en combinación.

En una dispersión acuosa de colorantes preferida, el aditivo (b) se selecciona del grupo que consiste en modificadores reológicos y conservantes. Incluso más preferida, la dispersión acuosa de colorantes comprende al menos un modificador reológico.

En una realización particularmente preferida, la dispersión acuosa de colorantes de la presente invención comprende

(a) de 10,0 a 20,0 % en peso, en base a la suma de (a), (b) y (c), de un colorante de la fórmula (3), en la que KK deriva de un componente de acoplamiento seleccionado de las fórmulas

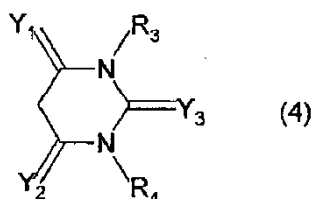


25 (b) de 0,2 a 10,0 % en peso, en base a la suma de (a), (b) y (c), de al menos un aditivo seleccionado del grupo que consiste en agentes humectantes, agentes dispersantes, modificadores reológicos y conservantes; y (c) de 70,0 a 89,8 % en peso, en base a la suma de (a), (b) y (c), agua.

La invención también está dirigida a un procedimiento para la preparación de dispersiones acuosas de colorantes, que comprende agitar un colorante de fórmula (3) de acuerdo con la reivindicación 1, con al menos un aditivo seleccionado del grupo que consiste en agentes humectantes, agentes dispersantes, modificadores reológicos y conservantes; y agua y, si se desea, aditivos adicionales.

La invención está también dirigida al uso de una dispersión acuosa de colorante de acuerdo con la reivindicación 1, para teñir papel.

Por último, la invención está dirigida a papel, que se ha teñido con una dispersión acuosa de colorantes, como se ha definido en la reivindicación 1, en el que el componente de acoplamiento del que deriva KK es de la fórmula



en la que

Y<sub>1</sub> e Y<sub>2</sub> independientemente uno de otro son =O, =NH o =N-alkilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>,

$Y_3$  es =O, =S, =NH, =N-alquilo  $C_1-C_4$  o =N-CN y  $R_3$  y  $R_4$  independientemente uno de otro son, cada uno, hidrógeno, alquilo  $C_1-C_6$  sustituido o insustituido o fenilo sustituido o insustituido.

Lo más preferentemente, el colorante de fórmula (3) es la forma de ácido libre del C.I. Amarillo Directo 137, C.I. Amarillo Directo 147 o C.I. Amarillo Directo 166 y las dispersiones contienen, preferentemente, de entre 5 a 20 % en peso del colorante.

Los colorantes de fórmula (3) son compuestos conocidos o se pueden preparar mediante procedimientos conocidos. Los pigmentos de fórmula (3) se pueden obtener directamente o convirtiendo sus sales en los ácidos libres. Las sales pueden comprender como cationes, por ejemplo litio, potasio o sodio, amonio, mono, di o trialquil  $C_1-C_4$  amonio, mono, di o tri-hidroxialquil  $C_1-C_4$  amonio o mono, di o tri-hidroxialquil  $C_2-C_4$ -alquil  $C_1-C_4$  amonio, en los que el alquilo  $C_1-C_4$  es como se ha definido anteriormente. El hidroxialquilo  $C_2-C_4$  puede ser, por ejemplo, hidroxietilo, hidroxipropilo o hidroxibutilo.

Los colorantes de fórmula (3) en la dispersión de la presente invención se obtienen, preferentemente, del siguiente modo a partir de una solución acuosa de síntesis o de una suspensión de síntesis que, como el colorante, contiene cantidades mayores o menores de materiales de partida, subproductos, sales u otras impurezas. Cuando, en contraste con ello, el colorante de fórmula (3) está en forma sólida o en forma de una suspensión o pasta, primero se suspende en agua para dar una suspensión o solución acuosa.

Si el colorante ya está en forma del ácido libre, preferentemente se lleva a cabo ultrafiltración, en general inmediatamente. Si, por otro lado, está en forma de sal, preferentemente, la sal se convierte primero en el ácido libre. En el caso de los compuestos que tienen dos o más grupos sulfo, en ocasiones es ventajoso realizar la conversión en el ácido libre en dos o más etapas a diferentes valores de pH y/o temperaturas.

Para preparar el ácido libre, preferentemente una solución o suspensión acuosa del colorante que se va a convertir en la forma ácida que contiene sales y/u otras impurezas se acidifica a un pH de 4,5 o inferior, y se agita o mezcla hasta que el colorante ha sufrido la conversión casi completa en el ácido libre y, por tanto, es insoluble en agua, y precipita. Esto tiene lugar, preferentemente, mediante la adición de un ácido inorgánico fuerte, por ejemplo ácido clorhídrico o ácido sulfúrico, hasta que se ha alcanzado el pH deseado. La conversión se realiza de forma ventajosa a una temperatura entre 15 y 140°C, en particular entre 20 y 95°C. El pH óptimo, la temperatura, la concentración y la duración de la mezcla se tienen que ajustar, en general, para el colorante concreto y para el grado de sustitución deseado. Las condiciones ópticas son fáciles de determinar por medio de experimentos adecuados.

En el caso de los colorantes que son difíciles de convertir en el ácido libre, pueden ser útiles primero para someter la solución o suspensión a desalinación parcial y, solo entonces, llevar a cabo la conversión en el ácido libre. Esto puede realizarse mediante, por ejemplo, nanofiltración o aislamiento intermedio del colorante aniónico. Adicionalmente, es posible usar técnicas de síntesis especiales para generar soluciones de síntesis con bajos niveles de sales, tales como diazotación y acoplamiento simultáneos.

Adicionalmente, un colorante que solo se ha convertido parcialmente en el ácido libre se puede lavar hasta que tenga pocos niveles de sales y después se puede añadir más ácido y se puede agitar o mezclar a una temperatura elevada, si se desea.

El lavado y conversión en el ácido libre de fórmula (3) también se pueden llevar a cabo de forma continua en sucesión haciendo circular la suspensión a través de un módulo de ultrafiltración que está conectado en serie con un reactor para la conversión en el ácido libre y, si se desea, para calentar.

La ultrafiltración se realiza por medio de procedimientos habituales usando las membranas conocidas. Estas membranas pueden comprender material orgánico o inorgánico resistente al ácido. Membranas particularmente adecuadas son membranas cerámicas, para ultrafiltración en particular las que tienen un tamaño de poro de 0,005 a 0,01  $\mu\text{m}$ .

La temperatura durante la ultrafiltración es aproximadamente entre la temperatura ambiente y aproximadamente 95 °C, preferentemente entre 50 y 85 °C. La presión depende, entre otras cosas, de la naturaleza de la membrana, pero normalmente está entre 200 y 1.000 kPa, preferentemente entre 400 y 800 kPa.

El lavado y la concentración por medio de ultrafiltración se llevan a cabo hasta alcanzar el contenido deseado en sales y la concentración deseada del pigmento que es un compuesto orgánico aniónico. Normalmente se prefiere un contenido en sales inorgánicas inferior al 2% en peso, preferentemente inferior al 0,5% en peso, en base al peso total de la suspensión.

Tras la ultrafiltración, la suspensión con un contenido bajo en sales o sin sales generalmente se mezcla con al menos un aditivo (b) seleccionado del grupo que consiste en agentes humectantes, agentes dispersantes, modificadores reológicos y conservantes. Se pueden añadir agua y/o aditivos adicionales dependiendo de la dispersión prevista y su uso.

55

5 Las dispersiones acuosas de colorantes de acuerdo con la invención se preparan, en general, agitando los ácidos sin colorante de la fórmula (3) con al menos un aditivo seleccionado del grupo que consiste en agentes humectantes, agentes dispersantes, modificadores reológicos y conservantes, agua y, si se desea, aditivos adicionales, hasta formar una solución homogénea. En caso necesario, la mezcla se puede calentar, por ejemplo a 40-60 °C y, posiblemente, se puede filtrar.

Las dispersiones acuosas de colorantes obtenidas de acuerdo con la invención son notables, en particular, por una vida durante el almacenamiento prolongada, y no exhiben ni sedimentación ni un incremento de la viscosidad durante el almacenamiento.

10 Las dispersiones acuosas de colorantes obtenidas de acuerdo con la invención se usan como tales o tras la dilución con agua, en particular para el teñido y la impresión de papel, incluyendo cartón y cartulina, efectuándose el teñido de estos materiales en, por ejemplo, la masa, mediante recubrimiento o inmersión.

15 Las dispersiones acuosas de colorantes de la presente invención tienen la ventaja de que no sedimentan. Además, las dispersiones acuosas de colorantes de la presente invención permiten un teñido mejor y más rápido del papel. Además, se pueden obtener dispersiones de colorante más concentradas. Las dispersiones de la presente invención se pueden disolver rápidamente en suspensiones de pulpa y en ocasiones permiten una dilución más fácil y más rápida con agua (en particular en medio no ácido o tamponado) cuando se comparan con dispersiones conocidas en las que se usa la forma de sal (sodio, litio como catión).

20 Además, es posible reducir la cantidad de residuos orgánicos en cuanto a que es posible reducir significativamente la cantidad de DQO (demanda química de oxígeno). En particular, la invención permite reducir la cantidad de aditivos e incluso la eliminación de aditivos como, por ejemplo aminos que no tienen afinidad por la celulosa y que, al final, terminan en aguas residuales que se tienen que eliminar mediante un tratamiento elaborado.

25 Por último, la invención permite producir con facilidad una modificación mediante la reacción con cationes específicos. Por ejemplo, es posible producir barnices de color escasamente solubles ("pigmentos latentes"). Los pigmentos se pueden fijar con poliaminas y se pueden obtener interesantes efectos de color con poliacrilaminas de alto peso molecular.

Los ejemplos siguientes ilustran la invención sin pretender que sean de naturaleza restrictiva. Las partes y porcentajes se expresan en peso a menos que se indique lo contrario.

30 Los pigmentos amarillos directos usados en los ejemplos 1 a 10 siguientes se obtuvieron mediante procedimientos habituales a través de diazotación y el posterior acoplamiento. Después, los pigmentos amarillo directo se transformaron en su forma ácida respectiva, se eliminó la sal mediante lavado con ultrafiltración y se concentraron como se describe en el documento WO 2001/090257. Después, se llevó a cabo la siguiente etapa como se indica a continuación para cada uno de los ejemplos 1 a 10.

#### **Ejemplo 1**

35 A 40 g de una dispersión de Amarillo Directo 166 con un peso del contenido en seco de 12,6% se añadieron 10 g de Tamol® NN4501 (BASF AG). La dispersión se agitó después a temperatura ambiente durante 2 horas. La dispersión obtenida mostró una buena fluidez a temperatura ambiente.

#### **Ejemplo 2**

40 A 40 g de una dispersión de Amarillo Directo 166 con un peso del contenido en seco de 12,6% se añadieron 3 g de Tamol® NN4501 (BASF SE). La dispersión se agitó después a temperatura ambiente durante 15 minutos. La dispersión obtenida mostró una buena fluidez. Esta muestra mostró una buena fluidez y un comportamiento de sedimentación menor que la del ejemplo 1.

#### **Ejemplo 3**

45 A una dispersión de Amarillo Directo 166 con un peso del contenido en seco de 12,6% se añadieron 0,5 g de un espesante catiónico (Salcare® SC92, Ciba AG). Después, la dispersión se agitó durante 15 minutos. Se obtiene una dispersión estable con una viscosidad elevada a velocidades de cizalladura bajas. Esta mezcla es estable durante un periodo de al menos 6 meses a temperatura ambiente.

#### **Ejemplo 4**

50 A partir de una suspensión de Amarillo Directo 147 con un contenido en peso seco del 22% obtenida mediante ultrafiltración, se mezclaron 1.000 g con 0,11 g de Hydropalat® N (Cognis GmbH) y se agitó durante la noche tras la adición de esferas de vidrio. La dispersión obtenida es estable durante más de un año a temperatura ambiente.

**Ejemplo 5**

A partir de una suspensión de Amarillo Directo 147 obtenida mediante ultrafiltración, con un contenido en peso seco de 22%, se mezclaron 10 g con 0,45 g de Tafigel® PUR61 (Münzing Chemie GmbH) y se agitó durante la noche tras la adición de esferas de vidrio. La dispersión obtenida es estable durante más de un año a temperatura ambiente.

5 **Ejemplo 6**

A partir de una suspensión de Amarillo Directo 147 con un contenido en peso seco de 22%, se mezclaron 150 g con 775 mg de Tafigel® AP10 (Münzing Chemie GmbH) y se agitó durante la noche tras la adición de esferas de vidrio. La dispersión obtenida es estable durante más de un año a temperatura ambiente.

**Ejemplo 7**

10 Una suspensión de Amarillo Directo 137 obtenida mediante ultrafiltración se concentró hasta un contenido en peso seco del 225. 150 g de esta suspensión se mezclaron 75 mg de Tafigel® AP10 (Münzing Chemie GmbH) y se agitaron durante la noche tras la adición de esferas de vidrio. La dispersión obtenida es estable durante más de un año a temperatura ambiente.

**Ejemplo 8**

15 Una suspensión de Amarillo Directo 137 obtenida mediante ultrafiltración se concentró hasta un contenido en peso seco del 225. 150 g de esta suspensión se mezclaron 16 mg de Hydropalat® N (Cognis GmbH) y se agitaron durante la noche tras la adición de esferas de vidrio. La dispersión obtenida es estable durante más de un año a temperatura ambiente.

**Ejemplo 9**

20 A 747,5 partes en peso de una suspensión de Amarillo Directo 137 (fuerza de color relativa 135%; contenido seco: 15%) se añadieron en agitación 250 partes en peso de una solución al 2% en peso de xantana (Kelzan® de CPKelco o Rhodopol ® 23 de Rhodia). Esta mezcla se conserva con 2,5 partes en peso de Acticide® MBS 5050 (Thor GmbH). Esta mezcla es estable durante un periodo de al menos 3 meses.

**Ejemplo 10**

25 A 747,5 partes en peso de una suspensión de Amarillo Directo 137 (fuerza de color relativa 134 %; contenido seco: 15%) se añadieron en agitación 40 partes en peso de Rheovis® CTA-161 (Ciba AG) y 210 partes en peso de agua. Esta mezcla se conserva con 2,5 partes en peso de Acticide® MBS 5050 (Thor GmbH). Esta mezcla es estable durante un periodo de al menos 3 meses.

**Ejemplo 11 (ensayo de estabilidad en almacenamiento)**

30 La dispersión acuosa de colorantes de acuerdo con el ejemplo 10 es estable en almacenamiento: no se producen cambios en la viscosidad tras un ensayo de almacenamiento de 10 respectivamente 13 semanas a temperatura ambiente, 0 y 50°C (véase la Tabla 1). No se producen formación de suero ni formación de sedimentos tras 1 año de almacenamiento a temperatura ambiente (20-35°C) como se detecta mediante sensación táctil y visualmente.

Tabla 1

Ej.		inicio	2 semanas	4 semanas	10 semanas
Temp.					
0 ° C	aspecto		Homogéneo	Homogéneo	Homogéneo
	Viscosidad en mPa.s		3 400 (6 rpm)	5.000 (6 rpm)	6.000 (6 rpm)
			2.700 (12 rpm)	3.100 (12 rpm)	4.000 (12 rpm)
			2.000 (30 rpm)	2.000 (30 rpm)	3.500 (30 rpm)
TA		inicio	4 semanas	7 semanas	13 semanas
	aspecto	Homogéneo	Homogéneo	Homogéneo	Homogéneo
	Viscosidad en mPa.s	3.500 (6 rpm)	3.500 (6 rpm)	4.000 (6 rpm)	3 400 (6 rpm)
		2.700 (12 rpm)	2.000 (12 rpm)	2.500 (12 rpm)	2.600 (12 rpm)
		2.000 (30 rpm)	1.900 (30 rpm)	1.800 (30 rpm)	1.800 (30 rpm)

35



ES 2 462 763 T3

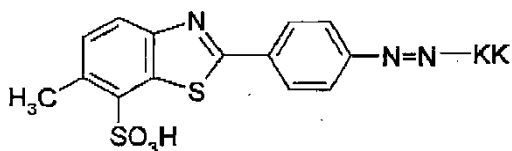
(continuación)

50° C		inicio	2 semanas	4 semanas	10 semanas
	aspecto		Homogéneo	Pequeña formación de suero, ausencia de sedimento	Pequeña formación de suero, ausencia de sedimento
	Viscosidad en mPa.s		5.000 (6 rpm)	3.600 (6 rpm)	4.400 (6 rpm)
			3.500 (12 rpm)	2.600 (12 rpm)	3.200 (12 rpm)
			2.000 (30 rpm)	1.800 (30 rpm)	2.100 (30 rpm)

**REIVINDICACIONES**

1. Una dispersión acuosa de colorantes, que comprende:

(a) de 2,0 a 30,0 % en peso, en base a la suma de (a), (b) y (c), de un colorante de fórmula (3)



5

(3)

en la que

KK es un residuo de un componente de acoplamiento;

10

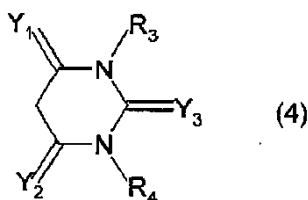
(b) de 0,1 a 20,0 % en peso, en base a la suma de (a), (b) y (c), de al menos un aditivo seleccionado del grupo que consiste en agentes humectantes, agentes dispersantes, modificadores reológicos y conservantes; y

(c) de 50,0 a 97,9 % en peso, en base a la suma de (a), (b) y (c), de agua.

2. La dispersión acuosa de colorantes de la reivindicación 1, que comprende un colorante de fórmula (3) en el que el componente de acoplamiento del que deriva KK es de la serie de acetacetanilida, piridona, pirazolona o pirimidina.

15

3. La dispersión acuosa de colorantes de la reivindicación 2, que comprende un colorante de fórmula (3) en el que el componente de acoplamiento del que deriva KK es de la fórmula



(4)

en la que

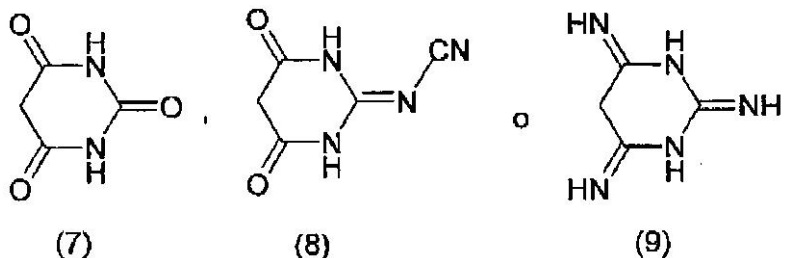
20

Y<sub>1</sub> e Y<sub>2</sub> independientemente uno de otro son =O, =NH o =N-alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>,

Y<sub>3</sub> es =O, =S, =NH, =N-alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o =N-CN y

R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> independientemente uno de otro son, cada uno, hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> sustituido o insustituido o fenilo sustituido o insustituido.

4. La dispersión acuosa de colorantes de la reivindicación 3, que comprende el colorante de fórmula (3) en el que KK deriva de un componente de acoplamiento seleccionado de las fórmulas



25

(7)

(8)

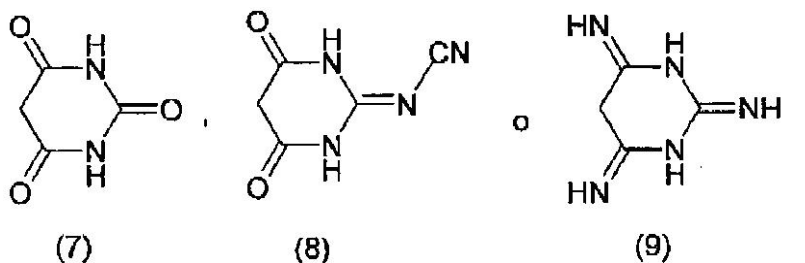
(9)

5. La dispersión acuosa de colorantes de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que el aditivo (b) se selecciona del grupo que consiste en modificadores reológicos y conservantes.

6. La dispersión acuosa de colorantes de la reivindicación 5, que comprende al menos un modificador reológico.

7. La dispersión acuosa de colorantes de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende

(a) de 10,0 a 20,0 % en peso, en base a la suma de (a), (b) y (c), de un colorante de la fórmula (3), en la que KK deriva de un componente de acoplamiento seleccionado de las fórmulas

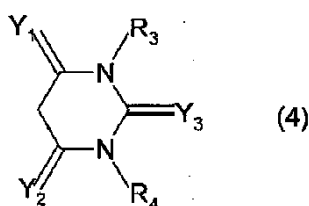


5 (b) de 0,2 a 10,0 % en peso, en base a la suma de (a), (b) y (c), de al menos un aditivo seleccionado del grupo que consiste en agentes humectantes, agentes dispersantes, modificadores reológicos y conservantes; y (c) de 70,0 a 89,8 % en peso, en base a la suma de (a), (b) y (c), de agua.

10 8. Un procedimiento de preparación de dispersiones acuosas de colorantes, que comprende agitar un colorante de fórmula (3) de acuerdo con la reivindicación 1, con al menos un aditivo seleccionado del grupo que consiste en agentes humectantes, agentes dispersantes, modificadores reológicos y conservantes; y agua y, si se desea, aditivos adicionales.

9. Uso de una dispersión acuosa de colorantes de acuerdo con la reivindicación 1, para teñir papel.

15 10. Papel, que se ha teñido con una dispersión acuosa de colorantes, como se ha definido en la reivindicación 1, en el que el componente de acoplamiento del que deriva KK es de la fórmula



en la que

20 Y<sub>1</sub> e Y<sub>2</sub> independientemente uno de otro son =O, =NH o =N-alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, Y<sub>3</sub> es =O, =S, =NH, =N-alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o =N-CN y R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> independientemente uno de otro son, cada uno, hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> sustituido o insustituido o fenilo sustituido o insustituido.