

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷
C09B 67/02
C09B 67/42



[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 98807428.1

[45] 授权公告日 2003 年 9 月 10 日

[11] 授权公告号 CN 1120863C

[22] 申请日 1998.7.20 [21] 申请号 98807428.1
[30] 优先权
[32] 1997. 7.21 [33] EP [31] 97810512.0
[86] 国际申请 PCT/IB98/01105 1998.7.20
[87] 国际公布 WO99/05226 英 1999.2.4
[85] 进入国家阶段日期 2000.1.20
[71] 专利权人 克拉瑞特金融(BVI)有限公司
地址 英属维尔京群岛托尔托拉岛罗德城
[72] 发明人 沃纳·许曼 罗兰·格林
克劳德·哈尔迪曼
[56] 参考文献
EP0264049 1988.04.20 C09B67/00
US3583877 1971.05.08 C09B67/00
审查员 王守彦

[74] 专利代理机构 北京三幸商标专利事务所
代理人 刘激扬

权利要求书 2 页 说明书 30 页

[54] 发明名称 颗粒状粉粒及其制备方法和用途
[57] 摘要

本发明涉及一种压实的颗粒状粉粒(G)，其为下述成份的混合物：(A)至少一种水溶性染料或荧光增白剂，和(B)填充剂，和，选择性地，(C)至少一种亲水表面活性剂和/或(D)其它添加剂，还包含(E)一种粘尘油。所述的颗粒状粉粒为低粉尘干燥制剂，具有高的堆积密度，并具有优良的溶解性、运输性和贮藏性，特别适用于对各种底物进行染色。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种压实的颗粒状产品(G), 其为下述成份的混合物:

(A)至少一种水溶性染料或荧光增白剂和

(B)填充剂和, 选择性地

(C)至少一种亲水表面活性剂和/或

(D)其它添加剂, 还包含

(E)一种粘尘油;

其中, 所述填充剂(B)为

(B1)选自无机酸或 $C_{2\sim6}$ 的脂肪羧酸的碱金属盐、镁盐和/或铵盐的电解质填充剂, 及

(B2)选自低聚糖或多糖、酰胺、聚甘油、聚乙烯醇、分子量范围在 300~2000 的聚乙二醇、聚乙烯吡咯烷酮及脲的非电解质填充剂;

所述添加剂(D)选自

(D1)杀真菌剂、杀菌剂和/或消泡剂,

(D2)增溶剂, 及

(D3)增效剂;

及所述粘尘油(E)选自

水溶性产品(E1) $C_{2\sim6}$ 的多元醇及其 $C_{1\sim4}$ 的烷基单醚, 及

(E2)平均分子量在 150~900 之间的聚乙二醇,

及疏水性油(E3)烃类油, 甘油三酯及涂油用的油, 选择性地与乳化表面活性剂混合使用;

该产品可由(A)和(B), 及可选的(C)和/或(D)的颗粒状干压实粉粒通过用(E)处理来制得。

2. 根据权利要求 1 所述的压实的颗粒状产品(G), 它是通过对(A)和(B)及可选的(C)和/或(D)的颗粒状干压实粉粒用(E)处理得到, 其中, 所述颗粒状干压实粉粒是通过对(A)和(B)及可选的(C)和/或(D)的混合物用辊压机于 0.4~18t/cmRL 的辊压力进行干压实, 然后以 0.1mm~3mm 的粒径范围进行造粒制得。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的压实的颗粒状产品(G), 其粒径范围为 0.3mm~1mm。

4. 根据权利要求 1 至 3 中任一项所述的压实的颗粒状产品(G), 其特征在于, (E)为含(C)的烃油或烃油的混合物。

5. 根据权利要求 1 所述的压实的颗粒状产品(G)的生产方法, 其特征在于, 将未压实的由(A)、(B), 如果需要的话与(C)和(D)的颗粒或粉末进行干压实、造粒并与(E)混合。

6. 一种用(A)对底物进行染色或荧光增白的方法, 所述底物可用权利要求 1 所述的(A)分别染色或荧光增白, 其中, (A)所采用的形式为权利要求 1 至 4 中任一项所述的含(A)的颗粒状粉粒(G)。

7. 根据权利要求 6 所述的方法, 其特征在于, (G)用来制备浓缩储液, 采用该浓缩储液可制备染液或印染浆。

8. 根据权利要求 6 所述的方法, 其特征在于, 所述的染液或印染浆是通过加入(G)直接制备的。

颗粒状粉粒及其制备方法和用途

就染料和荧光增白剂的销售而言,这些物质通常均配制成活性物质的特定的浓度,并在大多数情形下易于使用。例如,水溶性染料和/或荧光增白剂可配制成液体形式的浓溶液或分散液,其优点在于产品可以计量,但另一方面,在运输与贮藏期间则需要处理大量的液体,不仅占据了大量的运输与贮藏体积,而且容器可能会因损坏而造成液体制剂泄漏,导致不利的后果。为了尽可能地避免这些问题,也可将所述的水溶性染料或荧光增白剂配制成干品,例如粉末、颗粒或成型粉粒(压片/压块或成球/造粒)。粉状产品通常不具有足够的流动性和/或很可能会成为粉末,并且,有时还会粘连,当对容器进行处理以及采用这种产品来制备相应的染料或增白剂,也可能导致产品污染及产品损失。为了减少这些缺陷,颗粒的制备原则上采用中空的球形(经雾化器)或成型颗粒,特别是流化床颗粒。虽然采用这些颗粒可减少粉尘,但是,在例如运输、转送等过程中,各颗粒的相互摩擦或中空球的爆裂可能会产生粉末或粉尘,从而当处理产品时,可能会引起一定程度的粉尘和/或下游磨蚀的粉末在容器底部积聚,结果容器中的产品从整体上说变得不均匀。虽然流化床颗粒不会有中空球可能会爆裂的缺陷,但是,其制备过程相当艰难:对于制备流化床颗粒而言,至少一部分添加剂必须与水混合,然后在流化床成粒机中干燥,该过程由于进行加热而对热不稳定的产品有不利

的影响,此外,还可能造成在这种条件下这些产品会发粘。由于在结构化颗粒的各晶粒中存在相当大的空隙,因而,在有效量的外加防尘剂存在于颗粒的外表面之前,所加入的很大一部分防尘剂会穿过空隙。为解决这些问题,应使染料或荧光增白剂以粗颗粒的粉粒形成(压块或使制成颗粒,具有例如 3mm~10mm 的尺寸),此时可能产生的缺点是,在粉粒中的活性物质溶解速度下降且不规则,其它的可能则是由于颗粒的端部作用,在包装的染料中会形成粉末和粉尘。

EP-A-0115634 和 EP-A-0612557 描述了某些机械,采用这些机械可用除尘剂喷洒干产品如染料。EP-A-0115634 描述了在旋转管式混合机中对磨擦敏感性产品的处理过程,例如,对喷雾干燥染料或染料中空珠粒的处理过程; EP-A-0612557 描述了在设有超声雾化器的混合机中采用液体如除尘剂对诸如染料粉末与精细固体颗粒的尺寸进行处理。

EP-A-0028379 和 0264049 、 FR-A-2387270 和 DE-A-3248504 描述了通过聚集(build up)造粒法生产水溶性颗粒。在 FR-A-2387270(= DE-A-2716478)和 DE-A-3248504 均描述了流化床成粒机。在 EP-A-0028379 中,描述了采用某种造粒助剂来生产流化床颗粒。在 EP-A-0264049 中,描述了通过混合造粒和流化床干燥的多级染料聚集颗粒的生产方法,该专利还指明了流化床造粒法的一些缺陷(如延长性能以及高吨位生产-大型且成本高的机械)。

US-A-5507991 描述了由水/染料混合物(通过混合喷雾干燥 FD&C 染料与水而生产)生产挤出物的方法,其中,在挤出后,为了再次除去加入的水,需进行干燥,如在 90℃~130℃的炉中干

燥几个小时；由于这种挤出物具有伸长的形状(大多数为圆柱形)和/或由于干燥过程中水蒸发导致的多孔性，并不太稳定，在运输和转移过程中，它们易于破碎，结果形成粉尘。在该 US 专利中，其说明书(第 2 栏， 55~60 行)中，也表明，压实且造粒的产品易于受到磨擦和破碎的影响，这意味着，它们并不实用。从 FR-A-2645164 中得知对几乎干燥的产品进行挤出，其中，在挤出前也混入一种除尘剂；这些挤出物具有很弱的密集堆积，结果也不太稳定，在移动(从一个容器向另一个容器的运输、转移过程中)过程中仍然易于破碎。

在 FR-A-2373591 中，提供了低含尘量的染料粉末的生产方法，所述方法是将粘合剂、粉尘附聚剂和另加的预热盐进行混合，其中，顺便提及的是，所产生的染料组合物可选择性地进行压实处理。

从 US-A-3583877 得知如何生产进行造粒或压块的碱性染料，该染料表现出上述的缺陷，例如，溶解速度以及在运输与转移过程中的稳定性。

US-A-3034848 描述了某些染料的压实方法，所述的染料溶解于汽油中而不溶于水。

从 CH-A-492007 可以得知，在碎冰块存在下使染料粉末与粘合剂混合，通过这种方法能够获得具有很细粒径的非压实性面包屑样的产品；这种物理形式的目标是为了达到足够的溶解度和溶解速度，而较大的粒径的颗粒生产方法如造粒、压块和压片均因产品在水中的溶解性较差带来缺陷，它们的性能来源于原料的性能(第 1 栏， 25~30 行)。

DE-A-3248504 描述了一种生产水溶性物质特别是染料的流

化床颗粒的方法，在其说明书的描述中(第3页，第2段)提出应防止颗粒具有硬表面(例如，包括上述的压片和压块，但通常还包含压实产品和挤出产品)，因为这使其溶解性更差，不能达到所需的溶解速度。

尽管存在上述偏见，但令人惊奇地发现，采用干压实法(致密化)，特别是如下所述和限定的辊压法和造粒法所获得的水溶性染料或荧光增白剂颗粒即使在重复的包装件运输和转移过程中也具有突出的稳定性和溶解速度以及低粉尘含量，从而可以避免流化床颗粒所需的与水进行的艰难混合及蒸发过程。

本发明涉及压实的颗粒状产品及其制备方法及用途。

首先，本发明提供了一种压实的颗粒状产品(G)，其为下述成份的混合物：

- (A)至少一种水溶性染料或荧光增白剂和
- (B)填充剂和，选择性地
- (C)至少一种亲水表面活性剂和/或
- (D)其它添加剂，还包含
- (E)一种粘尘油。

在本发明的颗粒状产品(G)中，作为活性物质即组份(A)，可以采用任一种所需的水溶性染料或荧光增白剂，特别是在室温(= 20 °C)下在水中的溶解度至少为 1g/l，在应用条件下的溶解度至少为 5g/l 的染料和荧光增白剂。

下述染料和荧光增白剂为特别提及的组份(A)：

(A1)阴离子染料，其包含至少一个水溶解性阴离子取代基，特别是至少一种磺酸基或羧酸基，优选盐形式(碱金属盐和/或铵盐)，或者至少一种金属配合物基或至少一种硫醇盐基团或氧

桥合基团。这种染料或荧光增白剂在本领域中是公知的，在现有文献中有广泛描述，特别是直接染料、酸性染料、活性染料、媒介染料、显色染料、还原染料、硫化染料，如有关定义在 Colour Index 中有述，还原染料的水溶形式为隐色体形式，硫化染料的水溶性形式类似地为隐色体硫化染料形式或邦特盐形式。对于本发明的造粒方法而言，对直接染料、酸性染料和活性染料(包括金属配合物)给出了具体优选方案，所述染料的每一个分子中包含至少一个，优选两个或多个水溶性取代基，特别是磺基；某些金属配合物染料即使不具有这种取代基在水中的溶解度也足够。

(A2)具有阳离子特征的染料，其包含至少一个季铵基团或质子化基团或可质子化氨基基团(例如甚至作为杂环的一部分)，如果该染料包含两个或多个阳离子取代基，其也可包含一个或多个阴离子取代基。这种类型的染料在本领域中也是公知的，在现有文献中多有描述，例如在 Colour Index 中有关“碱性染料”中有定义。

(A3)水溶性非离子染料，该染料的分子中包含水溶性基团和取代基，主要为氨基甲酰基和氨磺酰基，它们可被取代或未被取代。

(A4)水溶性荧光增白剂，可为阴离子或阳离子增白剂，其包含水溶性阴离子取代基，主要为磺基，或阳离子取代基，主要为季铵基团或质子化或未质子化氨基基团或含氮碱性杂环。荧光增白剂也是本领域中公知的，并在现有文献中有广泛描述，例如在 Colour Index 中有关“荧光增白剂(fluorescent Brighteners)”的命名。

染料或荧光增白剂(A)可以其制备的形式经过滤后使用, 如果需要的话, 将滤饼洗涤并干燥, 或者, 也可以使用粉末。如果需要的话, 可通过对含盐的溶液和/或含副产物的溶液进行膜过滤以进行纯化或脱盐处理, 纯化后的浓溶液可与(B)合并, 如果需要的话, 还与(C)和/或(D)合并, 然后干燥。如果(A)以高纯形式获得, 和/或如果由制备过程产生的副产物和/或盐不会对最终产物带来破坏性影响, 则直接以溶液形成的染料和/或荧光增白剂(A), 或者在适宜的 pH 值和温度条件下溶解滤饼于水中后形成的染料和/或荧光增白剂溶液可根据需要与(B)合并, 并优选与(C)合并, 如果需要的话与(D)合并, 然后干燥。也可以将滤饼与包含(B)和/或优选(C)及需要时(D)的溶液成糊, 然后将形成的水性混合物干燥。干燥优选首先在(B)和/或(C)存在或不存在下进行, 随后与其余的组份混合, 或将压滤饼与选择性的添加剂(B)、(C)和/或(D)混合。

填充剂(B)主要可为下述成份:

- (B1)电解质填充剂, 特别是盐, 主要是无机酸或低分子量脂肪酸(如 C_{2-6})的碱金属盐、镁盐和/或铵盐, 例如, 氯化物、硫酸盐、碳酸盐或磷酸盐, 优选氯化锂、氯化钠或氯化钾, 氯化镁、硫酸钠(如芒硝)、碳酸钠或碳酸钾, 特别是缓冲物质, 磷酸一钠或二钠和/或磷酸一钾或二钾;
- (B2)非电解质填充剂, 特别是非离子填充剂, 其实例为寡糖或多糖(如糊精)、酰胺、聚甘油、聚乙烯醇、分子量 ≥ 300 , 特别是 600 至 2000 的聚乙二醇(Carbowaxes), 聚乙烯吡咯烷酮及选择性地脲。

类型(B1)的盐可以(至少部分)来自于水溶性染料或荧光增白

剂的制备过程，特别是氯化钠和/或芒硝，和/或可作为外加的填充剂组份加入。当以基本上无盐的形式获得水溶性染料和/或荧光增白剂(例如通过膜过滤或通过酸化和/或萃取法)时，类型(B2)的非离子添加剂是特别适宜的。

根据水溶性染料和/或荧光增白剂在(G)中所需的浓度，(G)中(B)的含量可以变化。例如，(B)/(A)重量比为 1/100 至 9/1，优选 1/50 至 5/1，更优选 1/10 至 2/1。

适宜的表面活性剂(C)为那些以亲水特性为主的表面活性剂，其在水中至少为胶态可溶的，特别是那些用作湿润剂的表面活性剂。表面活性剂的离子性是任意的；特别是：

(C1)非离子表面活性剂，特别是环氧乙烷，如果需要的话，环氧乙烷和环氧丙烷与含有至少一个亲脂性烃基的芳族和/或脂族羟基、羧基或氨基甲酰基化合物的加合物，所述亲脂性基团是，例如从相应的脂肪酸衍生的 9~24 个碳原子、优选 12~20 个碳原子的脂族基团，或是从相应的烷基取代的苯酚或苯乙烯基苯酚衍生的烷基取代的苯基，所述取代基可以是一或两个共含 4~18 个碳原子的烷基，特别是一或两个 C₄₋₉ 烷基或一个 C₈₋₁₂ 烷基。其具体例子是：环氧乙烷，如果需要的话，环氧乙烷和环氧丙烷与脂肪醇、烷基苯酚、脂肪酸、脂肪酸酰胺、二乙醇胺或二异丙醇胺的脂肪酸酰胺、脂肪酸单或二甘油酯、脱水山梨醇单或二脂肪酸酯或蓖麻油的加合物。应对每摩尔羟基化合物中环氧乙烷的摩尔数进行适当的选择，从而使形成的表面活性剂具有显著的亲水性，优选 HLB $\geq$ 7，例如 7~16，优选 8~14。如果也与环氧丙烷形成加合物，则应对环氧丙烷的量进行适当的选择以使其不会影

响表面活性剂的亲水性,优选氧化乙烯单元比氧化丙烯单元占优势。首选脂肪酸聚乙二醇酯和环氧乙烷与脂肪醇和烷基苯酚的加合物。

(C2)阴离子表面活性剂,特别是含有至少一个亲水性阴离子基团如磺酸或硫酸酯基团、膦酸或磷酸酯基团或羧酸基团的表面活性剂,其中的亲脂性基团含有例如 7~24 个碳原子,或者也可以从未取代或取代的萘磺酸和/或苯化合物衍生得到。其具体的例子如下:烷基苯磺酸酯;烷基苯酚硫酸酯和单或二烷基取代的磺基琥珀酸酯,其中的烷基含有例如 1~18 个、优选 1~12 个碳原子; C_{9-24} 烷基磺酸、 C_{9-24} 脂肪醇硫酸酯;木质素磺酸盐;硫酸酯化的蓖麻油;石油磺酸盐; C_{13-16} 链烷烃磺酸盐;甲醛与未取代或单-或二- C_{1-4} 烷基取代的萘磺酸和选择性的苯酚和/或磺化的苯酚、甲苯、二苯基醚和/或二甲苯基醚的缩合产物;(C1)型非离子表面活性剂的脂肪酸(皂)或硫酸化、磷酸化或羧甲基化的衍生物。阴离子表面活性剂优选是其碱金属盐、镁盐或铵盐的形式,最简单的是钠盐、钾盐或铵盐的形式。

(C3)阳离子表面活性剂,例如含有至少一个以上所定义的亲脂性基团和至少一个可被质子化的碱性伯、仲或叔胺基团或季铵基团的表面活性剂。例如,脂肪胺或脂肪氨基烷基胺化合物,这些化合物在与环氧氯丙烷反应后可用甲基、苄基和/或乙基烷基化,和/或可以与环氧乙烷反应,如需要,可与环氧乙烷和环氧丙烷反应,并且可以被季铵化;含有至少一个碱性氮并且可以被烷基化和/或与环氧乙烷、如需要,与环氧乙烷和环氧丙烷反应并且可以被季铵化的亚烷基二胺、二亚

烷基三胺或三亚烷基四胺或羟烷基亚烷基二胺的酰化产物；两个氮原子之间的亚烷基链含有，例如 2~6 个、优选 2 或 3 个碳原子，羟基烷基是，例如乙醇或异丙醇；如需要，乙二胺、二亚乙基三胺或亚乙基亚丙基三胺的酰化产物可以被环化成相应的咪唑啉化合物，如需要，咪唑啉环的碱性氮可以被季铵化。

由于离子性相反的染料(或荧光增白剂)和表面活性剂之间可能会形成沉淀，因此，优选的组合是阴离子染料或荧光增白剂与阴离子表面活性剂和/或非离子表面活性剂之间的组合，以及阳离子或碱性的染料或荧光增白剂与阳离子表面活性剂和/或非离子表面活性剂之间的组合。

如需要，还可以采用非离子表面活性剂与阴离子或阳离子表面活性剂的混合物。

表面活性剂(C)与染料或增白剂(A)的重量比是，例如 0.01/100~100/100，最好是在 0.05/100~50/100 之间，优选 0.1/100~10/100。

添加剂(D)包括其它制剂添加剂，特别是可以作为防腐剂(主要用于制剂)或制剂助剂(主要用于储备液或染液)的常用物质，特别是：

(D1) 杀真菌剂、杀菌剂和/或消泡剂，

(D2) 增溶剂，

(D3) 增效剂。

杀真菌剂和杀菌剂(D1)包括已知产品如市售产品，它们可以各自的推荐浓度使用。消泡剂(D1)也包括已知的产品如市售产品，它们可以各自的推荐浓度使用。

(D2) 包括具有增溶剂特性的已知物质, 包括, 例如以下(E1)中具体说明的物质。

(D3) 包括可用于在水中使水变硬的离子以及含水染液中的铁离子结合的常规配合剂, 主要是氨基多羧酸、氨基多亚甲基膦酸或羧酸聚合物, 例如次氨基三乙酸、乙二胺四乙酸、二亚乙基三胺五乙酸或二亚乙基三胺五亚甲基膦酸、(共)聚(甲基)丙烯酸和(甲基)丙烯酸/马来酸共聚物, 它们优选以碱金属盐的形式(优选钠盐的形式)使用。

成份(D)可以在(G)中以少量存在, 相对于(G), 可以是例如 0wt%~10wt%, 优选 0wt%~5wt%, 这对于染料制剂是常规的。(G)中防腐剂和消泡剂(D1)的含量为, 例如 0wt%~2wt%; 如果使用(D2), 则(G)中增溶剂(D2)的含量为, 例如 0wt%~5wt%, 优选为(G)重量的 0.2%~2%; 在该情况下, (D2)/(A)的重量比优选在 0.004/1~0.2/1 的范围内, (G)中(D3)的含量为, 例如 0wt%~5wt%。

以(A)+(B)+(C)+(D)的总数(在此设定为=100%)计, (A)的含量最好是 $\geq 10\text{wt}\%$, 主要在 10wt%~80wt% 的范围内, 优选 20wt%~75wt%; (C)的含量最好是在 0.1wt%~10wt% 的范围内, 优选 0.2wt%~4wt%; (D)的含量最好是在 0wt%~5wt% 的范围内; (B)的含量是使总数达到 100wt%。成份(B)、(C)和(D2)与(A)的重量比最好是在上述的范围内。

本发明提供了产品(G)的生产方法, 即将未压实的由(A)、(B), 如果需要的话与(C)和(D)的颗粒或粉末进行干压实、造粒并与(E)混合。

成份(A)、(B)、(C)(如需要的话)以及(D)(如果存在的话)可以溶解的形式相互混合, 然后在压实(紧密化)之前干燥, 或者(优选地), 也可以将成份(C)和成份(D)(如果存在的话)与干燥的(A)和(B)混合或与含有(A)和(B)的潮湿的滤饼混合, 然后, 如需要, 可

以在压实或紧密化之前干燥。本发明的干燥产品通常是指，非化学结合的水(即可以通过随后的干燥除去的水)的含量 $\leq 15\text{wt}\%$ ，特别是 $\leq 7\text{wt}\%$ 。

成份(E)可在干燥步骤后加入，特别是在压实步骤甚至在调整粒度之后加入。根据本发明的具体特点，(D1)也可以在调整粒度之后加入。

适宜的(E)是粘稠的水溶性产品，以及在适宜乳化剂存在下本身不溶于水的油。特别适宜的(E)是：

(E1)低分子量多元醇，例如二元醇或三元醇，特别是含 2~6 个碳原子的多元醇，或其单低级烷基醚，例如，甘油、 C_{2-6} 亚烷基二醇、低聚- $(\text{C}_{2-4}$ 亚烷基)二醇醚和其 C_{1-4} 烷基单醚，优选丙二醇单甲醚或一缩二丙二醇单甲醚；

(E2)平均分子量 ≥ 150 ，例如在 150~900 之间的聚乙二醇，优选液体的聚乙二醇，特别是平均分子量在 170~600 之间的聚乙二醇；

(E3)疏水性油，该油可与例如乳化表面活性剂系统混合，例如，烃类油(主要是脂肪族和/或芳脂族油，例如石蜡油、矿物油和/或苯基烷烃)与乳化表面活性剂、例如上述的表面活性剂如脂肪酸和/或皂的混合物；甘油三酯，该甘油三酯可以是被氢化的，例如棕榈油、蓖麻油或椰子油，它们也可以与上述的表面活性剂混合，或是涂油用的油，例如用于皮革涂油的油，可通过例如水解、酯交换和/或引入磺基(通过硫酸化、亚硫酸化或磺化)对其乳化性进行至少部分改性。

(E)可以为含有(C)的烃油或烃油的混合物。

产物(E1)和(E2)通常是水溶性的。产物(E3)有利地与足量的表面活性剂合并，或亲水改性至这样一种程度：它们在水中可自乳化。为了乳化疏水油，应采用有效量的相应乳化剂，适宜的用

量应使各种油通过简单地将油/乳化剂混合物倒入水中而乳化，和/或至少其用量应使油粘附于干颗粒上而不会浸润，即，用作油相与固体相(颗粒)间的界面活性剂。所采用的表面活性剂有利地为如上(C)中所述的那些。它们与油的定量比例如为 0.01/1 至 1/1，优选 0.02/1 至 0.5/1，更优选 0.03/1 至 0.2/1。在本发明的另一个实施方案中，油(E3)并不与表面活性剂合并。

如果含表面活性剂的油(E3)用作(E)，如果需要的话，则至少一些表面活性剂(C)可以(E)的形式加入。如果需要的话，所有的表面活性剂(C)可以(E3)的形式加入。

在本发明的一个实施例中，用作(E)的物质包括那些混合物(E3)，其中，油为也具有抑泡作用的烃油或烃油混合物，从而可略去作为(D1)分开加入的消泡剂。

粉尘结合添加剂(E)以其有效量采用。例如，颗粒状产品(G)包含 0.05wt%~10wt%的(E)，优选 0.1wt%~6wt%的(E)，更优选 0.1wt%~3wt%的(E)。

(A)与(B)的干混合物，以及如果加入则至少部分在压实前加入的(C)，和(D)(如果需要的话)一起可通过常规压力压实机如微量压实机或优选辊压机进行压实，其中，准备压实的干产品有利地通过螺纹(填料螺杆)进料。特别有利的是，采用的设备中被压实的物料通过在压力辊间的螺纹加入，从而以螺纹中进行了预压实，进一步的压实在两个压力辊间进行。压实作用可受设备的性能和配件的影响，主要是受辊性能的影响，特别是在辊间的压力，可精确地选择适宜的辊子，优选槽纹辊，例如具有从细至粗的槽纹辊表面(细槽纹辊在本发明中是优选的)的产片(sheet-producing)辊。辊的直径可根据组件的尺寸改变，例如，在 12cm

至 1m 范围内，辊的直径范围为 12cm~50cm 时很有可能达到满意的产量，例如辊的直径优选 12cm~30cm，特别是 25cm 或更高，特别是 35cm。在压力辊装置中的辊压力有利地为大于 0.4 t/cmRL，并可在宽范围内变化，如 0.4t/cmRL~18 t/cmRL(t/cmRL = 吨/cm 辊长度)，对于辊直径为 152mm 的辊，辊压力与辊直径按照下述方程成正比的变化

$$\frac{p_1}{p_2} = k \cdot \frac{d_1}{d_2}$$

其中

d_1 为辊 1 的直径，

d_2 为辊 2 的直径，

k 为系统的典型常数，

p_1 为辊 1 的辊压，

p_2 为辊 2 的辊压。

常数 k 通常大约为 1 或略偏离 1。大多数情况下取 $k = 1$ 进行计算。

对于本发明的颗粒状粉粒(G)的制备过程而言，优选辊压(指辊直径为 152cm)<9t/cmRL，特别是 ≤ 6 t/cmRL。有利地采用 ≥ 6 t/cmRL 的辊压进行操作，优选 0.6t/cmRL~3t/cmRL(指辊直径为 152cm)，可在辊压 ≤ 2 t/cmRL 的辊压下产生具有突出质量的颗粒状产品(G)。在有利的过程中，压实的产品的密度(块密度或片密度)尽可能地高，特别是 ≥ 1 g/cm³，以未用(E)处理的形式。

压实过程有利地不采用外加热源，如果合适，可通过压实压力产生的内热；这可能会导致温度升至高达 30 °C，例如优选

$\leq 15^{\circ}\text{C}$; 压实过程有利地在 $15^{\circ}\text{C} \sim 60^{\circ}\text{C}$ 下进行, 优选 $20^{\circ}\text{C} \sim 40^{\circ}\text{C}$ 。如果需要的话, 也可以在真空和/或辊冷却下进行。

然后, 通过压实产生的条(来自填充器)或片或块(来自加压辊)可在适宜的成粒机中进行粉碎, 选择性地在条或片(或块)的粗分级后进行, 从低粒径和/或高粒径颗粒(颗粒的粒径细于或粗于所需的粒径)中分离出所需适当粒径(所需粒径的颗粒)的颗粒; 具体而言, 通过两个或多个筛子进行筛选至所需适当粒径。应选择筛子(或筛内插件)使适当粒径的颗粒在所需范围内, 主要为 $0.1\text{mm} \sim 3\text{mm}$, 而高粒径颗粒留在第一筛中(将其返回再进行粉碎), 而低粒径颗粒通过最后一个筛子返回后重新进行压实。本发明压实后的颗粒状产品(G)有利地具有小至中等尺寸, 优选粒径 $< 3\text{mm}$, 如 $< 1.5\text{mm}$, 有利地 $> 0.3\text{mm}$, 特别是 $0.3\text{mm} \sim 1.2\text{mm}$, 优选 $0.3\text{mm} \sim 1\text{mm}$, 首选 $0.4\text{mm} \sim 1\text{mm}$ 。

应有利地选择成粒机以使颗粒不超过最大粒径。

干压实/造粒过程在公知的机械中进行。适宜的机械的实例为来自 BEPEX GmbH(Leingarten, Germany)的压实机系列 K 的压实机, 或者来自 ALEXANDERWERK AG(Remscheid, Germany)的 WP50/75、WP170V Pharma 或 WP150/250 或 WP150/250V 型压实/成粒机。成粒机可包括或随后设置用于除去细粉尘的系统。通过除去细粉尘, 当所述片或块破碎和/或造粒时, 可以减少所需量的(E)或优化至最小, 如以(G)计, $\leq 2\text{wt\%}$ 的(E)。

用(E)进行的处理适于在从低粒径颗粒和高粒径颗粒中分离适当粒径颗粒后进行。有利的是, 造粒后的产物用(E)进行喷射, 同时和/或此后, 与(E)混合, 以改善(E)在颗粒表面上的分布与组合。

整体设备所具有的部件应使压实机(优选具有螺纹型预压实机的双压辊机)直接通向造粒设备(成粒机具有或不具有预成粒机,并连接用于从低粒径颗粒和高粒径颗粒中分离适当粒径颗粒的筛分单元),以及与用于与(E)合并的混合设备相通的适当粒径颗粒的排出口。用(E)处理过的颗粒产物(G)例如可贮藏于一个储仓中,从该储仓可填充各个传送颗粒的容器,例如筒(如金属筒或由薄纸板或粗纸板制成的容器)或槽(如路槽车或适用于铁路运输的槽)。通过进行适宜的公知预防处理,在适宜的密封设备中实施该方法并采用适宜的集尘过滤器例如减压操作,压实、造粒、低粒径颗粒的再循环及如果存在的高粒径颗粒的再循环等均可在基本无粉尘的条件下进行,并以连续方式进行。

本发明的颗粒状粉粒(G)在其低粉尘含量、运输和贮藏期间的稳定性方面均很突出,并具有最佳或足够的溶解速度,适于染色操作。它们的制备过程也简单且经济,具体的优点在于,产品的堆积密度很高(如 $>0.5\text{g/cm}^3$,特别是 $0.8\text{g/cm}^3\sim 1.2\text{g/cm}^3$),这使运输和贮藏体积减至最小。所产生的颗粒状粉粒(G)的堆积密度特别高,例如,明显 $>0.5\text{g/cm}^3$,特别是高于 0.55g/cm^3 ,如高达 1.2g/cm^3 ,原则上为 $0.7\text{g/cm}^3\sim 1.2\text{g/cm}^3$,优选 $0.8\text{g/cm}^3\sim 1\text{g/cm}^3$ 。具有重大意义的是可生产堆积密度例如大于 0.7g/cm^3 ,优选大于 0.8g/cm^3 的颗粒状产品(G)。

产品(G)以其低粉尘含量和自由流动性为突出特点,即使在延长贮藏后,重复转移和/或运输(振动贮藏)后,仍表现出在产物的可计量方面的显著改善。

本发明还提供了用(A)对底物进行染色或荧光增白的方法,其中底物可以用(A)分别染色或荧光增白,所述(A)可以以前述含(A)的颗粒状粉粒(G)的形式使用。另外,(G)可以用来制备浓缩储液,采用该浓缩储液可制备染液或印染浆,其中,所述染液或印染浆是通过加入(G)直接制备的。

本发明的颗粒状粉粒(G)可通过将它们倒入水中在搅拌下直接溶解;其溶解速度在温和搅拌下于水中可在短时间内溶解,优于相

应的粉末。它们也易于润湿，显示出实际上在分散过程中无结块，结果，提供了良好的计算加工性。本发明的优选的小粒径颗粒状产品，特别是那些粒径分布为 0.3mm~1mm，特别是 0.4mm~1.2mm 的产品显示出最佳的堆积密度与溶解速度的组合，从而当该产物倒入水溶液中时，直接或在很短时间内漂浮于水表面上，沉于水中并溶解，在温和搅拌下可非常迅速地获得染料或荧光增白剂的均匀溶液。以这种方式，可以减少努力并扩大制备储液和加强浴的效能；也可以直接制备浓缩的浸渍浴和墨水，以及印染浆或甚至染色或增白浴。对于在成片后纸的染色或增白而言，染料或荧光增白剂可类似地直接加至具有适宜溶解高速度的染色或增白浴中。

就本发明的造粒而言，活性物质(A)的染色性能实际上并未受到损害，可以在基本上无尘的过程中进行操作，这对于设备与附近环境的保持清洁显得具有特别的价值，并使得仅需相对少量的干染料即染料在实际上无染料粉尘的环境下工作。

在下述实施例中，份数和百分数均指重量；温度为℃。压实/成粒机为购自 ALEXANDERWERK AG 公司(Remscheid, Germany)的那些。“C.I.”代表“Colour Index”；“kN/cmRL”代表“千克/厘米辊长度”，“rpm”代表“转数/分钟”。防尘油(E31)为 93.8 份的约等份数石蜡油与十二烷基苯的混合物、5.9 份的脂肪酸聚甘油酯与 0.26 份的油酸和 0.04 份的二乙基氨基乙醇的混合物。消泡剂(D11)为 2.4 份的硬脂酸亚乙基二胺与熔点为 54℃~56℃的 1.2 份石蜡以及 21 份纯脂肪酸聚乙二醇酯及 2 份乙二醇在 72 份沸点为 325℃~450℃的矿物油馏分中的分散液。

实施例 1

将 100 份通过用氯化钠盐析并过滤、由酸性蓝染料 C.I.酸性蓝 129(Constitution No. 62058)的合成得到的滤饼(并含有 50% 钠盐形式的纯的染料, 30%水和 20%氯化钠及副产物), 与 6 份 35%的、10 摩尔环氧乙烷与 1 摩尔辛基酚的加合物溶液充分混合, 然后将所得混合物干燥并细研磨。在压实/成粒机 WP 50/75(辊长 75mm, 辊直径 152mm)中, 在辊压 16.0kN/cmRL 及转速 8rpm 下, 对所得混合物进行压实, 得到 2.0mm 厚的渣屑, 并将该渣屑造粒, 得到小颗粒(粒径 0.3mm~1mm)。辊的产率为 31kg/h, 筛上部分的产率为 23kg/h, 筛下部分的比例为 25.8%。将筛下部分送回压实。将所得的筛上部分进行喷淋, 并与 0.8 份防尘油(E31)混合。所得的压实粒状染料(染料粉粒)易溶在水中, 并且值得关注的是它的低粉尘含量, 储存和运输的稳定性, 以及溶解的速度。

实施例 2

与实施例 1 所述的类似, 将 100 份重量比为 9:5:14:2 的 C.I.直接棕 240、C.I.直接红 83:1、C.I.直接蓝 90 和 C.I.直接黄 162 的直接染料混合物, 与 2 份尿素、5.5 份木素磺酸盐、0.4 份硫酸化的油酸酯和 10~15 份硫酸钠, 在压实/成粒机 WP 50/75 中压实并造粒, 然后将所得的颗粒进行喷淋并与(E31)混合, 其中辊压为 16kN/cmRL, 转速为 8rpm, 所得渣屑的厚度为 4mm; 辊的产率为 120kg/h, 筛上部分的产率为 70kg/h, 筛下部分的比例为 41.7%。所得的颗粒产物(染料粉粒)可容易地并均匀地溶解于水中, 值得关注的是它的溶解速度、低粉尘含量及储存和运

输的稳定性，它可用作直接黑染料。它的本体密度约为相应粉末的两倍，并且它是可流动的。

实施例 3

与实施例 1 或 2 所述的类似，将 100 份重量比为 4.5:3.6:3:1 的 C.I.酸性蓝 278、C.I.酸性蓝 225、C.I.酸性紫 47 和 C.I.酸性紫 48 的酸性染料混合物，与 0.2 份尿素、1.5 份硫酸化的油酸酯和 20 份糊精的混合物压实并造粒，然后喷淋并与(E31)混合，其中压实/成粒机 WP 50/75 的辊压为 14.4kN/cmRL，转速为 8rpm，渣屑的厚度为 2mm，辊的产率为 35kg/h，筛上部分的产率为 25kg/h，筛下部分的比例为 27.8%。在 WP 250/150 单元中，辊压为 24kN/cmRL，转速为 14rpm，渣屑的厚度为 2.4mm，辊的产率为 242kg/h，筛上部分的产率为 175kg/h，筛下部分的比例为 27.8%。所得的颗粒产物(染料粉粒)易溶于水中，值得关注的是它的溶解速度、低粉尘含量及储存和运输的稳定性，它可用作酸性蓝染料。它的本体密度约为相应粉末的两倍，并且它是可流动的。

实施例 4

过程如实施例 3 中所述，所不同的是在 WP 50/75 单元中，辊压为 16kN/cmRL，渣屑的厚度为 4.8mm，辊的产率为 64kg/h，筛上部分的产率为 44kg/h，筛下部分的比例为 31.9%，或者以与实施例 3 相同的方式操作 WP 250/150 单元，所不同的是辊压为 26.7kN/cmRL，渣屑的厚度为 5.8mm，辊的产率为 441kg/h，筛上部分的产率为 301kg/h，筛下部分的比例为 31.9%。仍然得到易溶的颗粒产物(染料粉粒)，值得关注的是它的溶解速度、其

低粉尘含量以及储存和运输的稳定性。

实施例 5

与实施例 4 所述类似, 将活性染料黑 C.I.活性黑 8 压实并造粒, 然后喷淋并与(E31)混合, WP 50/75 单元中的辊压为 16kN/cmRL, 转速为 8rpm, 渣屑的厚度为 4mm, 辊的产率为 100kg/h, 筛上部分的产率为 63kg/h, 筛下部分的比例为 37%。以类似的方式操作 WP 250/150 单元, 其中辊压为 26.7kN/cmRL, 转速为 14rpm, 渣屑的厚度为 4.8mm, 辊的产率为 691kg/h, 筛上部分的产率为 435kg/h, 筛下部分的比例为 37%。得到压实的颗粒状黑色活性染料(染料粉粒), 值得关注的是它的易溶性和溶解速度, 低粉尘含量及储存和运输的稳定性。它的本体密度约为相应粉末的两倍, 并且它是可流动的。

实施例 6

与实施例 1~5 所述类似, 将 100 份重量比为 6.6:1.7:1.2 的 C.I.直接红 83:1、C.I.直接蓝 251 和 C.I.直接黄 162 的直接染料混合物, 与 2 份尿素和 0.3 份硫酸化的油酸酯进行混合, 使得硫酸钠和碳酸氢钠在总混合物中的量为, Na_2SO_4 的含量为 20%, NaHCO_3 的含量为 20%; 然后将混合物在 WP 50/75 单元中进行压实和造粒, 然后喷淋并与(E31)混合, 其中辊压为 12kN/cmRL, 转速为 8rpm, 渣屑的厚度为 4mm, 辊的产率为 1151kg/h, 筛上部分的产率为 68kg/h, 筛下部分的比例为 41.37%。在 WP 250/150 单元中进行类似的操作, 其中辊压为 20kN/cmRL, 转速为 14rpm, 渣屑的厚度为 4.8mm, 辊的产率为 794kg/h, 筛上部分的产率为

466kg/h，筛下部分的比例为 41.3%。所得直接黑染料的压实颗粒产物(染料粉粒)易溶于水，并且值得关注的是它的溶解速度，低粉尘含量以及储存和运输的稳定性，它可用作直接黑染料。它的本体密度约为相应粉末的两倍，并且它是可流动的。

实施例 7

将 92 份通过用氯化钠盐析、过滤和挤压，由活性红染料 C.I. 活性红 190 的合成得到的滤饼(含有 67%钠盐形式的纯的染料，25%水和 8%氯化钠及副产物)，与 70 份水搅拌，加入 10 份精制的高分子量木素磺酸钠，8 份硫酸钠和 5 份尿素，一起搅拌该混合物直至均匀。通过喷淋干燥得到含水约 7%的粉末。在压实/成粒机 WP 50/75(辊长 75mm，辊直径 152mm)中，在辊压 11kN/cmRL 及转速 8rpm 下，对所得粉末进行压实，得到 3.0mm 厚的渣屑，并将该渣屑造粒，得到小颗粒(粒径 0.3mm~1mm)。筛上部分的产率为约 35kg/h，筛下部分的比例为约总量的 34%，并将该部分送回再压实(通过筛分分离)。然后在 99 份所得的筛上部分产物上喷淋 1 份防尘油(E31)，并混合。值得关注的是，所得的颗粒染料(染料粉粒)具有非常低的粉尘含量，并且它具有良好的溶解性能。即使在长时间储存，例如室温下 6 个月或 40℃ 下 5 周，并且在运输后，这些性能均不发生改变。由于其理想的自由流动性能，可容易地用自动单元对颗粒产物进行计量。上述颗粒形式的染料与那些粉末形式的染料具有等同的染色性能。

类似于使用压实/成粒机 WP 50/75，上述的粉末也可以用压实/成粒机 WP 250/150(辊长 = 150mm，辊直径 = 250mm)进行压实和造粒，其辊压为 18kN/cmRL，转速为 14rpm，渣屑的厚

度为 3.7mm。现在对应于筛上部分的产率为 240kg/h，筛下部分的比例约为总量的 34%。随后如上所述处理颗粒。值得关注的是，所得的颗粒染料(染料粉粒)具有非常低的粉尘含量，并且它具有良好的溶解性能。即使在长时间储存，例如室温下 6 个月或 40 °C 下 5 周，并且在运输后，这些性能均不发生改变。由于其理想的自由流动性能，可容易地用自动单元对颗粒产物进行计量。它与那些粉末形式的染料具有等同的染色性能。

实施例 8

将 120 份通过用氯化钠盐析、过滤和挤压，由活性红染料 C.I.活性红 243 的合成得到的滤饼(含有 37%钠盐形式的纯的染料，53%水和 10%氯化钠及副产物)，与 50 份水搅拌，加入 17 份硫酸钠(Glauber's salt)和 17 份萘磺酸-甲醛缩合产物，一起搅拌该混合物直至均匀。对该悬浮体进行喷淋干燥后，如实施例 1 所述将所得的含水约 6%的粉末压实并造粒，辊式压实机 WP 50/75 中渣屑的厚度为 4.8mm，筛上部分的产率为约 44kg/h，筛下部分的比例为约总量的 32%，并将该部分送回再压实(通过筛分分离)。将筛上部分的进行喷淋并与 2%的防尘油(E31)混合。值得关注的是，所得的压实颗粒染料(染料粉粒)具有非常低的粉尘含量，并且它具有良好的溶解性能。即使在长时间储存，例如室温下 6 个月或 40 °C 下 5 周，并且在运输后，这些性能均不发生改变。由于其理想的自由流动性能，可容易地用自动单元对颗粒产物进行计量。上述颗粒形式的染料与那些粉末形式的染料具有等同的染色性能。

实施例 9

重复实施例 8 的过程，所不同的是干燥悬浮体之前再加入 0.5 份消泡剂(D11)。值得关注的是，所得的压实颗粒染料(染料粉粒)具有非常低的粉尘含量，并且它具有良好的溶解性能。即使在长时间储存，例如室温下 6 个月或 40 °C 下 5 周，并且在运输后，这些性能均不发生改变。由于其理想的自由流动性能，可容易地用自动单元对颗粒产物进行计量，并且当该颗粒染料以水溶液的形式使用时，没有干扰性的泡沫。颗粒染料与那些粉末形式的染料具有等同的染色性能。

实施例 10

将通过用氯化钠盐析、过滤和挤压，由活性红染料 C.I. 活性红 243 的合成得到的滤饼(含有 37% 钠盐形式的纯的染料，53% 水和 10% 氯化钠及副产物)进行干燥并研磨。向 57 份该粉末中加入 17 份硫酸钠(Glauber's salt)和 17 份萘磺酸/甲醛缩合产物(例如在 Nauta 混合器中)，并将这些组份混合均匀。向该混合物上喷淋 0.5% 的消泡剂(D11)。

然后以如实施例 8 和 9 对粉末所采取的相同的方式，用其它的添加剂对该混合物压实、造粒并处理。值得关注的是，所得的压实颗粒染料(染料粉粒)具有非常低的粉尘含量，并且它具有良好的溶解性能。即使在长时间储存，例如室温下 6 个月或 40 °C 下 5 周，并且在运输后，这些性能均不发生改变。由于其理想的自由流动性能，可容易地用自动单元对颗粒产物进行计量，并且当该颗粒染料以水溶液的形式使用时，没有干扰性的泡沫。颗粒染料与那些粉末形式的染料具有等同的染色性能。

实施例 11

将 100 份通过过滤并用 8% 的氯化钠溶液洗涤, 由酸性绿染料 C.I. 酸性绿 40 的合成得到的滤饼(该滤饼含有 51% 钠盐形式的纯的染料, 45% 的水和 4% 的氯化钠及副产物), 与 170 份水和 10 份硫酸钠(Glauber's salt)一起搅拌, 并与 3.6 份 35% 的、9 摩尔环氧乙烷和 1 摩尔辛基酚的加合物溶液混合。用湿磨机(例如通过 Fryma mill)破碎染料附聚物。对该悬浮体进行喷淋干燥, 得到含水约 6% 的粉末。在压实/成粒机 WP 50/75(辊长 75mm, 辊直径 152mm)中, 在辊压 16.0kN/cmRL 及转速 8rpm 下, 对所得粉末进行压实, 得到 2.0mm 厚的渣屑, 并将该渣屑造粒, 得到小颗粒(粒径 0.3mm~1mm)。筛上部分的产率为约 23kg/h, 筛下部分的比例为约总量的 26%, 并将该部分送回再压实(通过筛分分离)。然后在所得的筛上部分产物上喷淋 1.5% 的防尘油(E31), 并混合。值得关注的是, 所得的颗粒染料(染料粉粒)具有非常低的粉尘含量, 并且它具有良好的溶解性能。即使在长时间储存, 例如室温下 6 个月或 40 °C 下 5 周, 并且在运输后, 这些性能均不发生改变。由于其理想的自由流动性能, 可容易地用自动单元对颗粒产物进行计量。它与那些粉末形式的染料具有等同的染色性能。

在下述的实施例 12~22 中, 在压实/成粒机 WP 250/150 上进行压实和造粒, 其中辊长为 150mm, 辊直径为 250mm。每一情形下, 压实染料的渣屑厚度为 2.5mm~3.3mm。

实施例 12

将粉末形式的、含 26% 磺化度为 80%~120% 的萘磺酸/甲醛

缩合产物的钠盐形式的阴离子表面活性剂,含 20%硫酸钠作为填充剂的 C.I.活性蓝 214 染料,在下述条件下进行压实:辊压=21.7kN/cmRL,转速=15rpm,并将其造粒成为粒径为 0.4mm~1.0mm 的小颗粒产物。筛上部分的产率为 200kg/h。对颗粒产物进行喷淋,并混合 2.5%的防尘油(E31)。值得关注的是,所得的压实颗粒活性蓝染料(染料粉粒)具有良好的溶解性和溶解速度,低粉尘含量和储存及运输稳定性。它的本体密度约为相应粉末的两倍,它是可流动的,并适宜作热染色染料。

实施例 13

将含 34%磺化度为 80%~120%的茶磺酸/甲醛缩合产物的钠盐,含 20%硫酸钠作为填充剂的粉末形式 C.I.活性蓝 79 染料,在辊压为 20kN/cmRL,转速为 14rpm 的条件下进行压实,并将其造粒成为粒径为 0.4mm~1.0mm 的小颗粒产物。筛上部分的产率为 240kg/h。对颗粒产物进行喷淋,并混合 2%的防尘油(E31)。值得关注的是,所得的压实颗粒活性蓝染料具有良好的溶解性和溶解速度,低粉尘含量和储存及运输稳定性。它的本体密度约为相应粉末的两倍,并是可流动的。

实施例 14

将含 20%磺化度为 80%~120%的茶磺酸/甲醛缩合产物的钠盐的粉末形式 C.I.活性橙 13 染料,在辊压为 13.3kN/cmRL,转速为 16rpm 的条件下进行压实,并将其造粒成为粒径为 0.4mm~1.0mm 的颗粒产物。筛上部分的产率为约 200kg/h。对颗粒产物进行喷淋,并混合 2%的防尘油(E31)。值得关注的是,

所得的压实颗粒活性橙染料(染料粉粒)具有良好的溶解性和溶解速度,低粉尘含量和储存及运输稳定性。它的本体密度约为相应粉末的两倍,并是可流动的。在印染浆的生产中,它与现有粉末的功效是一样的;由于其良好的可流动性,它可很好地用自动计量系统进行计量。

实施例 15

将含 20%硫酸钠作为填充剂,并含 20%磺化度为 80%~120%的萘磺酸/甲醛缩合产物的钠盐的、粉末形式 C.I.活性橙 12 染料,在辊压为 20kN/cmRL,转速为 16rpm 的条件下进行压实,并将其造粒成为粒径为 0.4mm~1.0mm 的颗粒产物。筛上部分的产率为 220kg/h。将颗粒产物用 1.7%的防尘油(E31)进行喷淋,并混合。值得关注的是,所得的压实颗粒活性橙染料(染料粉粒)具有良好的溶解性和溶解速度,低粉尘含量和储存及运输稳定性。它的本体密度约为相应粉末的两倍,并是可流动的。

实施例 16

将含 20%硫酸钠作为填充剂,并含 5%~15%磺化度为 80%~120%的萘磺酸/甲醛缩合产物的钠盐的、粉末形式 C.I.活性黑 5 染料,在辊压为 18.3kN/cmRL,转速为 15rpm 的条件下进行压实,并将其造粒成为粒径为 0.4mm~1.0mm 的小颗粒产物。筛上部分的产率为 260kg/h。将颗粒产物用 2%的防尘油(E31)进行喷淋,并混合。值得关注的是,所得的压实颗粒活性黑染料(染料粉粒)具有良好的溶解性和溶解速度,低粉尘含量和储存及运输稳定性。它的本体密度约为相应粉末的两倍,并是可流动的。

实施例 17

将仅含 11%Na₂SO₄ 和 1.8%Na₂CO₃ 作为添加剂的粉末形式 C.I.直接红 83:1 染料, 在辊压为 16.7kN/cmRL, 转速为 16rpm 的条件下进行压实, 并将其造粒成为粒径为 0.4mm~1.0mm 的颗粒产物。筛上部分的产率为 220kg/h。将颗粒产物用 2.5%的防尘油(E31)进行喷淋, 并混合。值得关注的是, 所得的压实颗粒直接红染料(染料粉粒)具有良好的溶解性和溶解速度, 低粉尘含量和储存及运输稳定性。它的本体密度约为相应粉末的两倍, 并是可流动的。

实施例 18

将含 1%~5%己二醇的粉末形式 C.I.酸性黄 59 染料, 在辊压为 13.3kN/cmRL, 转速为 20rpm 的条件下进行压实, 并将其造粒成为粒径为 0.4mm~1.0mm 的颗粒产物。筛上部分的产率为 200kg/h。将颗粒产物用 2.5%的防尘油(E31)进行喷淋, 并混合。值得关注的是, 所得的压实颗粒酸性黄染料(染料粉粒)具有良好的溶解性和溶解速度, 低粉尘含量和储存及运输稳定性。它的本体密度约为相应粉末的两倍, 并是可流动的。

实施例 19

重量比为 2:2:3 的 C.I.酸性蓝 230、C.I.酸性蓝 80 和 C.I.酸性绿 25 染料的混合物, 可以酸性蓝染料的形式商业获得。若该混合物由干燥合成制得的染料滤饼重新制备, 混合物含有 2.5%聚乙烯基吡咯烷酮 K-30, 作为表面活性剂的 22%的木素磺酸盐和 16%萘磺酸/甲醛缩合产物的钠盐, 则它可以在辊压为 15kN/cmRL, 转速为 15rpm 的条件下进行压实, 然后造粒成为

粒径为 0.4mm~1.0mm 的颗粒产物。筛上部分的产率为 210kg/h。将颗粒产物用 2.5% 的防尘油(E31)进行喷淋,并混合。值得关注的是,所得的压实颗粒酸性染料混合物(染料粉粒)具有良好的溶解性和溶解速度,低粉尘含量和储存及运输稳定性。它适于作酸性蓝染料。它的本体密度约为相应粉末的两倍,并是可流动的。

实施例 20

与实施例 19 类似,重量比为 1:7:6 的 C.I.酸性红 119、C.I.酸性红 415 和 C.I.酸性红 260 染料的混合物,含有 5% 聚乙烯基吡咯烷酮 K-30 和 20%Na₂SO₄,在辊压为 21.7kN/cmRL,转速为 15rpm 的条件下对其进行压实,然后造粒成为粒径为 0.4mm~1.0mm 的颗粒。筛上部分的产率为 250kg/h。值得关注的是,所得的压实颗粒酸性染料混合物(染料粉粒)具有良好的溶解性和溶解速度,低粉尘含量和储存及运输稳定性。它适于作酸性红染料,其本体密度约为相应粉末的两倍,并是可流动的。

实施例 21

重量比为 4:1 的 C.I.活性红 239 和 C.I.活性红 147 的混合物,该混合物含有作为表面活性剂的约 5% 的萘磺酸/甲醛缩合产物的钠盐,以及 20% 的 Na₂SO₄ 作为填充剂,在辊压为 16.7kN/cmRL,转速为 18rpm 的条件下对该混合物进行压实,然后造粒成为粒径为 0.4mm~1.0mm 的颗粒。筛上部分的产率为 200kg/h。将颗粒产物用 1.8% 的防尘油(E31)进行喷淋,并混合。值得关注的是,所得的压实颗粒活性红染料混合物(染料粉粒)具有良好的溶解性和溶解速度,低粉尘含量和储存及运输稳定性。它适于作活性

红染料，其本体密度约为相应粉末的两倍，并是可流动的。

实施例 22

将在 C.I.直接蓝 273 的合成中得到的滤饼，与麦芽糖糊精和硫酸钠进行混合并干燥(Na_2SO_4 含量 = 13%，麦芽糖糊精含量 = 13%)。在辊压为 16.7kN/cmRL，转速为 14rpm 的条件下对该染料进行压实，然后造粒成为粒径为 0.4mm~1.0mm 的颗粒。筛上部分的产率为 230kg/h。将颗粒产物用 1.8% 的防尘油(E31)进行喷淋，并混合。值得关注的是，所得的压实颗粒直接蓝染料(染料粉粒)具有良好的溶解性和溶解速度，低粉尘含量和储存及运输稳定性。它适于作直接蓝染料，特别是纸张的染色，其本体密度约为相应粉末的两倍，并是可流动的。

可以与公知的相应染料粉末相类似的方法，使用上述染料粉粒进行染色，也可以省略染料溶解的步骤。例如可按照下述的配方制备含有活性染料的印染浆：

印染配方：

600 g/kg 藻酸盐增稠剂

100 g/kg 尿素

10 g/kg 间硝基苯磺酸钠

25 g/kg 碳酸氢钠

235 g/kg 水

30 /kg 染料粉粒

制备 500kg 油墨浆的操作方法：

将 50kg 尿素、5kg 间硝基苯磺酸钠、12.5kg 亚硫酸氢钠和

67.5kg 水，加入到 300kg 预先膨胀的藻酸盐增稠剂中。然后将该混合物在搅拌器中均化 5 分钟，在该过程中化学物质溶解。这一过程刚一发生，便在搅拌器工作的状态下缓慢地加入染料粉粒（散开地加入），染料粉粒在 5 分钟内溶解于浆料中。最后加入剩余的水（50L）。随后搅拌 10 分钟后，油墨浆便可以使用（可以印染）。

不产生喷粉即可散开地加入染料粉粒，这样可省去费力的染料的加热预溶解，这之前在加入染料时将不得不再冷却回至至少 60 °C。而且尤其是对于小批量，由于残留在溶解容器中的油墨的量，将会出现再现性的问题。

应用实施例 A

以通常的方式，用按照上述说明制得的印染浆对衬里布进行印染，其中染料粉粒含有按照实施例 7 的 C.I.活性红 190，并对其干燥和固色。

若需要的话，可以用按照上述说明制得的印染浆进行局部罩印，其中染料粉粒含有按照实施例 5 的 C.I.活性黑 8。

应用实施例 B

在 Krantz 设备上用 C.I.活性红 243 染色 500kg 丝光棉纱线（筒子纱）。

当机器装载上原料托架并关闭后，引入水和 0.5g/l 的脱气/润湿剂，并启动循环泵。浴温升至 50 °C。在制备容器中，将 200L 水加热至 90 °C 并在搅拌下缓慢地散开加入 10kg 按照实施例 10 的染料粉粒。搅拌 5 分钟后，关掉搅拌并将染料溶液在 10 分钟内加入到染料浴中，同时将染料浴以 2 °C/分钟的速度加热至

95℃。在染色温度达到 95℃时, 进行泳移 30 分钟, 然后在 30 分钟内加入(优选通过计量泵)预先溶解的固色碱(碳酸钠), 染色继续进行 60 分钟, 然后以通常的方式结束染色。

这里可以省去费力的在另一容器中进行的染料的预溶解, 其溶解性能和低粉尘含量使得其很容易在机器中溶解。

应用实施例 C

用按照实施例 11 的 C.I.酸性绿 40 染料粉粒经轴染色 200kg 尼龙/莱克拉浴用特里科经编织物

染色设备具有一个分离的溶解操作段, 添加剂可由该操作段在计算机的控制下自动提取出。

当经轴进入机器, 装上尼龙/莱克拉浴用特里科经编织物, 充满水和 0.5g/l 的脱气/润湿剂, 并启动时(启动循环泵), 在溶解操作段中准备染料和染色化学物质。搅拌下向 100L 沸腾的水中散开地加入 3kg 染料。使用另一相分离的容器中准备均染剂和需要调节 pH 值的酸。经轴(织物)被预润湿/脱气 10 分钟后, 开启染色程序, 然后在程序控制下自动地进行温度调节以及化学物质和染料的添加。程序结束后, 取出经轴。

尽管大部分酸性染料需要沸腾来溶解, 但这里对于溶解操作段中的简化使用来说, 这种结构形式和低粉尘含量是重要的因素。