



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

51 Int. Cl.³: C 09 K 11/06

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978



12 PATENTSCHRIFT A5

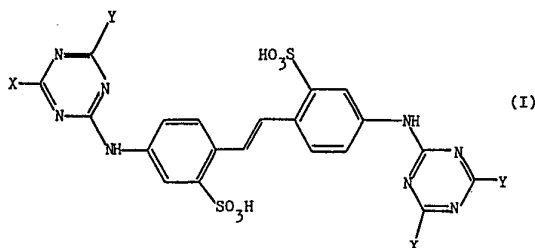
11

628 677

21 Gesuchsnummer:	9486/76	73 Inhaber:	Hickson & Welch Limited, Castleford/Yorks (GB)
22 Anmeldungsdatum:	23.07.1976		
30 Priorität(en):	25.07.1975 GB 31243/75	72 Erfinder:	John Dennis Thompson, Upton/Pontefract (GB)
24 Patent erteilt:	15.03.1982		
45 Patentschrift veröffentlicht:	15.03.1982	74 Vertreter:	A. Braun, Braun, Héritier, Eschmann AG, Patentanwälte, Basel

54 Verfahren zur Herstellung von stabilen wässrigen Aufhellerdispersionen.

- 57 (a) Eine wässrige Suspension eines Salzes eines Aufhellers der Formel:



wird mit einer Mineralsäure angesäuert. Dadurch wird der Aufheller der Formel I ausgeflockt. In der Formel haben X und Y die im Patentanspruch 1 angegebene Bedeutung.

- (b) Man stellt ein wässriges Gemisch her, das
- (1) den ausgeflockten Aufheller der Formel I,
 - (2) bis zu 0,5 Äquivalente einer Base pro Mol des Aufhellers der Formel I und
 - (3) gegebenenfalls ein mit Wasser mischbares organisches Lösungsmittel

enthält.

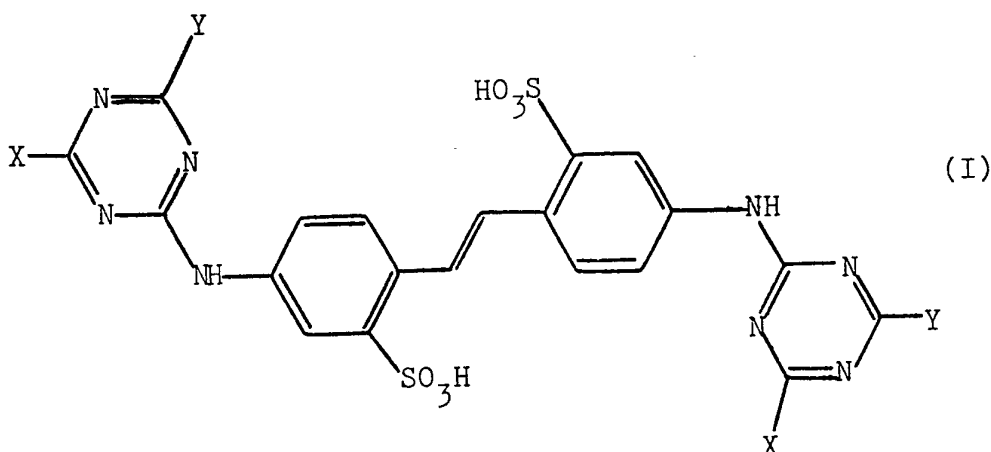
- (c) Das wässrige Gemisch wird in Abwesenheit eines oberflächenaktiven Mittels gerührt. Dadurch wird es peptisiert.

Auf diese Weise erhält man eine stabile wässrige Dispersion. Diese enthält 10 bis 35 Gew.% des Aufhellers der Formel I. Der Aufheller der Formel I liegt im wesentlichen in Form der freien Säure vor. Er ist in einem wässrigen alkalischen Medium dispergiert, das frei von oberflächenaktivem Mittel ist.

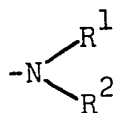
Die Dispersion eignet sich für die Herstellung von Behandlungsbädern für Textilien oder Papier.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung von stabilen wässrigen Dispersionen, die 10 bis 35 Gew.-% eines Aufhellers der Formel:



enthalten, worin X und Y, die gleich oder verschieden sind, jeweils eine Gruppe der Formel:



bedeuten, wobei R¹ und R², die gleich oder verschieden sind, jeweils Wasserstoff, eine C₁₋₆-Alkylgruppe, eine C₁₋₆-Hydroxyalkylgruppe, eine monocyclische Arylgruppe oder eine monocyclische Aralkylgruppe, deren Alkylrest 1 bis 6 C-Atome enthält, bedeuten oder R¹ und R² zusammen mit dem Stickstoffatom, an das sie gebunden sind, eine gesättigte oder ungesättigte heterocyclische Gruppe mit 5 oder 6 Ringgliedern, die Sauerstoff, Stickstoff oder Schwefel als weiteres Heteroatom enthalten und durch eine C₁₋₆-Alkylgruppe substituiert sein kann, bilden, dadurch gekennzeichnet, dass man

(a) eine wässrige Suspension eines Salzes des Aufhellers der Formel I mit einer Mineralsäure ansäuert, um den Aufheller der Formel I auszuflocken,

(b) ein wässriges Gemisch herstellt, das den ausgeflockten Aufheller der Formel I und bis zu 0,5 Äquivalente einer Base pro Mol des Aufhellers der Formel I enthält, und

(c) das wässrige Gemisch in Abwesenheit eines oberflächenaktiven Mittels rührt, um es zu peptisieren und die Dispersion zu bilden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man in Stufe (a) kalte Mineralsäure verwendet.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass man die Stufe (c) bei Raumtemperatur ausführt.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass man als Base Ammoniak, ein Ammoniumhydroxid, ein Alkalimetallhydroxid, wie Lithium-, Natrium- oder Kaliumhydroxid, ein Erdalkalimetallhydroxid, ein Salz einer schwachen Säure, wie Dinatriumhydrogenphosphat, Natriumtripolyphosphat, Borax, Natriumsilicat, Natriumcarbonat, Natriumbicarbonat oder Natriumacetat, oder eine organische Base, wie Monoäthanolamin, Diäthanolamin, Triäthanolamin, N-Methyläthanolamin, Isopropanolamin, Morpholin, Piperidin, Äthylamin oder Butylamin, verwendet.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass man bis zu 0,25 Äquivalente der Base pro Mol des Aufhellers der Formel I verwendet.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass man dem Gemisch von Stufe (b) ausser-

dem ein mit Wasser mischbares organisches Lösungsmittel, vorzugsweise ein Keton, wie Aceton oder Methyläthylketon, einen Alkohol, wie Methanol, Äthanol, Isopropanol oder Glycerin, einen Ätheralkohol, wie Tetrahydrofurfurylalkohol, Diäthylenglycol oder 2-Äthoxyäthanol, ein Amid, wie Dimethylformamid, einen cyclischen Äther, wie Dioxan oder Tetrahydrofuran, oder ein Sulfoxid, wie Dimethylsulfoxid, zusetzt.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass man 1 bis 25 Gew.-% des Lösungsmittels, bezogen auf das Gemisch, verwendet.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass man in Stufe (b) neben dem ausgeflockten Aufheller der Formel I eine in Stufe (c) erhaltene Dispersion verwendet, um das Gemisch herzustellen.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass man als Aufheller der Formel I 4,4'-Bis-(2-anilino-4-morpholino-triazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure, 4,4'-Bis-[2-anilino-4-bis-(2-hydroxyäthyl)-aminotriazin-6-yl]-aminostilben-2,2'-disulfonsäure, 4,4'-Bis-[2-anilino-4-(N-2-hydroxyäthyl-N-methyl)-aminotriazin-6-yl]-aminostilben-2,2'-disulfonsäure, 4,4'-Bis-(2-anilino-4-äthylaminotriazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure oder 4,4'-Bis-(2,4-dianilino-triazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure verwendet.

10. Stabile wässrige Dispersion, hergestellt nach Anspruch 1, von 10 bis 35 Gew.-% eines Aufhellers der Formel I, der im wesentlichen in Form der freien Säure vorliegt, in einem wässrigen alkalischen Medium, das frei von oberflächenaktiven Mitteln ist.

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von stabilen wässrigen Aufhellerdispersionen.

Fluoreszierende Aufheller des Triazintyps werden normalerweise als Salze in Form von trockenen Pulvern für die Herstellung von Behandlungsbädern für Textilien oder Papier verwendet. Diese Anwendungsmethode weist den Nachteil auf, dass häufig eine unangenehme Staubbildung auftritt und dass sich das trockene Pulver schwer in Bädern von niedriger Temperatur löst. Diese Schwierigkeiten können durch Verwendung wässriger Suspensionen überwunden werden, die darüber hinaus den Vorteil besitzen, dass sie bei den in der Textilindustrie immer häufiger eingeführten kontinuierlichen Verfahren leicht und genau in den geeigneten Dosierungen abgemessen werden können. Alle diese Eigenschaften sind auch bei der Herstellung von Wasch- und Reinigungsmitteln vorteilhaft. Auf

diesem Anwendungsgebiet gewinnt insbesondere die Verringerung der Staubbildung wachsende Bedeutung.

Eine der Schwierigkeiten, die bisher bei Versuchen zur Herstellung von stabilen Dispersionen von Triazinaufhellern auftraten, war die Neigung dieser Suspensionen zum Absetzen beim Stehenlassen. Dies wurde gewöhnlich durch Zusatz von anionaktiven, kationaktiven oder nichtionogenen oberflächenaktiven Mitteln als Dispergiermittel überwunden. Eine derartige Suspension ist z. B. aus der GB-PS Nr. 1 337 583 bekannt. Die Anwendung derartige Additive macht jedoch weitere toxi-

kologische Untersuchungen notwendig, bevor die Endprodukte verkauft werden dürfen, da jede Neuerung ein mögliches neues Gesundheitsrisiko mit sich bringt.

Es wurde nun gefunden, dass ohne Anwendung derartige Dispergiermittel eine stabile wässrige Dispersion (von der angenommen wird, dass sie weitgehend eine kolloidale Lösung ist) durch Dispergieren der freien Säure von Bis-(triazinyl-amino)-stilbenen der Formel I, die fluoreszierende Aufheller sind, hergestellt werden kann.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist im Patentanspruch 1 definiert. In den Stufen (b) und (c) dieses Verfahrens tritt sehr wenig Salzbildung ein, so dass der Aufheller der Formel I im wesentlichen in Form der freien Säure vorliegt. Die meisten Kationen der Base verbleiben auf der Oberfläche der Säurepartikel und katalysieren die Peptisierung, während nur wenige Kationen mit den Sulfogruppen unter Salzbildung reagieren, weil die verwendete Menge der Base nicht für die Salzbildung mit einem signifikanten Anteil des Aufhellers genügt.

Die Erfindung betrifft auch die nach diesem Verfahren hergestellten Dispersionen.

Die benötigten freien Säuren der Formel I werden zweckmässig und vorzugsweise durch Ansäuern einer wässrigen Suspension eines Salzes einer Säure der Formel I mit einer kalten Mineralsäure (von beispielsweise 15 bis 25 °C) hergestellt. Beispiele für verwendbare Salze sind ein Natriumsalz oder ein anderes Alkalimetallsalz oder ein Salz mit einer organischen Base, z. B. einem Amin wie einem C₁₋₆-Alkanolamin, z. B. Äthanolamin. Als Säure kann beispielsweise für diesen Zweck Chlorwasserstoffsäure verwendet werden, jedoch können auch andere Mineralsäuren bzw. anorganische Säuren wie Schwefelsäure und Salpetersäure eingesetzt werden. Für die Anwendung in Stufe (a) des erfindungsgemässen Verfahrens sind insbesondere die β -kristallinen Formen der Salze der Säuren der Formel I geeignet. Das auf diese Weise hergestellte ausgeflockte Material kann restliche Mengen des ursprünglichen Salzes, beispielsweise bis etwa 10 Gew.-%, enthalten, was häufig auch der Fall ist. Bei der Ansäuerung können auch höhere Temperaturen (z. B. bis zu 90 °C) angewendet werden, dies ist jedoch nicht bevorzugt.

Die Peptisierung wird durch die Anwesenheit einer Base katalysiert oder beschleunigt. Es kann eine Vielzahl von Basen eingesetzt werden, entweder anorganische oder organische Basen; geeignete Beispiele sind starke Alkalien wie Ammonium- oder Alkalimetall- oder Erdalkalimetallhydroxide (z. B. Lithium-, Natrium- und Kaliumhydroxide); Salze schwacher Säuren, wie Dinatriumhydrogenphosphat, Natriumtripolyphosphat, Borax und Natriumsilikat, -carbonat, -bicarbonat und -acetat; und organische Basen, insbesondere organische Amine wie Mono-, Di- und Triäthanolamin, N-Methyläthanolamin, Isopropanolamin, Morpholin, Piperidin, Äthylamin und Butylamin.

Im allgemeinen wird durch die Zugabe geringer Mengen der Base der pH-Wert sofort auf etwa 4,5 bis 5,0 (ausgehend von einem ursprünglichen pH-Wert von etwa 3,5) angehoben, und der pH-Wert steigt gegebenenfalls auf etwa 7,5 bis 8,5 (gewöhnlich 8,0) an, wobei die Bildung einer stabilen Dispersion als vollständig angesehen werden kann. Die Base wird im allgemeinen in einer Menge von bis zu 0,25 Äquivalenten pro Mol der Verbindung der Formel I verwendet, obwohl in einigen

Fällen bis zu 0,5 Äquivalente pro Mol toleriert werden können (z. B. bis zu 0,5 Äquivalente pro Mol, wenn eine starke Base wie Natriumhydroxid verwendet wird).

Die Peptisierung des ausgeflockten Aufhellers kann auch durch ein hydrophiles (mit Wasser mischbares) organisches Lösungsmittel katalysiert oder beschleunigt werden. Beispielsweise für derartige Lösungsmittel sind Ketonlösungsmittel wie Aceton und Methyläthylketon; einfache Alkohole (sowohl einwertige als auch mehrwertige, z. B. mit bis zu 3 Kohlenstoffatomen und 3 Hydroxygruppen) wie Methanol, Äthanol, Isopropanol und Glycerin; Ätheralkohole wie Diäthylenglykol und 2-Äthoxyäthanol; cyclische Alkohole wie Tetrahydrofurfurylalkohol; Amidlösungsmittel wie Dimethylformamid; cyclische Äther wie Dioxan und Tetrahydrofuran; und Sulfoxide wie Dimethylsulfoxid. Derartige Lösungsmittel können im allgemeinen in einer Menge von 1 bis 25 Gew.-% der Gesamtmischung verwendet werden, obwohl, falls gewünscht, auch grössere Mengen eingesetzt werden können.

Kombinationen einer Base und eines organischen Lösungsmittels sind für die Beschleunigung der Peptisierung besonders wirksam. Im Gegensatz hierzu wird das Verfahren durch die Anwesenheit neutraler Elektrolyten wie Natriumchlorid offensichtlich verzögert, selbst wenn diese nur in sehr geringen Anteilen vorhanden sind.

Die Reaktionsmischung wird während der Peptisierung gerührt. Die ersten Stufen des Verfahrens zeichnen sich durch eine beträchtliche Eindickung des Gemisches aus. Die Schwierigkeit, derartige steife Mischungen zu rühren, kann durch Einarbeiten einer Dispersion, die nach dem erfindungsgemässen Verfahren hergestellt wurde, in das Gemisch überwunden werden. Ein weiterer Vorteil dieser Technik liegt darin, dass keine zusätzliche Base oder kein zusätzliches organisches Lösungsmittel zur Beschleunigung der Peptisierung zugesetzt werden muss.

Das Peptisierungsverfahren wird zweckmässig bei Raumtemperatur oder in dieser Grössenordnung durchgeführt, d. h. bei 20 bis 25 °C. Es können auch höhere Temperaturen, z. B. bis zu 90 °C, verwendet werden, dies ist jedoch nicht bevorzugt. Die zur vollständigen Peptisierung unter Bildung der Dispersion erforderliche Zeit variiert je nach den Umständen und kann von lediglich einer Minute bis zu 24 Stunden betragen. In den meisten Fällen ist die Peptisierung in zwei bis acht Stunden vollständig.

Die resultierenden Dispersionen weisen Viskositäten auf, die von ihrer Herstellungsweise abhängig sind. Durch eine geeignete Auswahl der Basen und gegebenenfalls Lösungsmittel zur Beschleunigung der Dispergierung können Dispersionen erhalten werden, die von sehr steifen thixotropen Pasten bis zu beweglichen Flüssigkeiten variieren. Die Viskosität der Gemische kann gewöhnlich auch durch weiteres Rühren verringert werden. Auf diese Weise kann die Konsistenz des Produkts je nach Wunsch erzielt werden.

Die Dispersionen enthalten 10 bis 35 Gew.-% der Verbindung der Formel I.

In den Verbindungen der Formel I entsprechen die Aminogruppen X und Y der Formel -NR¹R², worin R¹ und R², die gleich oder verschieden sein können, die Bedeutung von Wasserstoff oder einer C₁₋₆-Alkylgruppe (die gegebenenfalls substituiert sein kann durch eine Hydroxylgruppe), monocyclischen Arylgruppe (z. B. Phenyl) oder einer Aralkylgruppe haben, worin der Alkylteil 1 bis 6 Kohlenstoffatome enthält, oder worin R¹ und R² zusammen mit den Stickstoffatomen eine gesättigte oder ungesättigte 5- oder 6gliedrige heterocyclische Gruppe mit 5 oder 6 Ringgliedern darstellen, die Sauerstoff, Stickstoff oder Schwefel als weiteres Heteroatom enthalten kann und die gegebenenfalls substituiert sein kann durch eine C₁₋₆-Alkylgruppe. Typische Beispiele für derartige Aminogruppen sind Anilino-, Morpholino-, Äthylamino-, Di-(hydroxyäthyl)-

amino- und N-Methyl-n-hydroxymethyl-aminogruppen. Vorzugsweise sind sowohl X als auch Y substituierte Aminogruppen.

Für das erfindungsgemässe Verfahren besonders geeignete fluoreszierende Triazinaufheller sind 4,4'-Bis-(2-anilino-4-morpholino-triazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure, 4,4'-Bis-[2-anilino-4-bis-(2-hydroxyäthyl)-aminotriazin-6-yl]-aminostilben-2,2'-disulfonsäure, 4,4'-Bis-[2-anilino-4-(N-2-hydroxyäthyl-N-methyl)-aminotriazin-6-yl]-aminostilben-2,2'-disulfonsäure, 4,4'-Bis-(2-anilino-4-äthylaminotriazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure und 4,4'-Bis-(2,4-dianilinotriazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure.

Die nach dem erfindungsgemässen Verfahren erhaltenen Dispersionen zeigten eine grosse Stabilität und können während Zeiträumen von über 6 Monaten ohne nennenswerte Bildung von Sedimenten gelagert werden. Ausser der leichteren Auflösung und den anderen Vorteilen im Vergleich mit bekannten trockenen Pulvern zeigen sie bei der Anwendung eine verbesserte Leistungsfähigkeit bei Behandlungen bei niedrigen Temperaturen. Dabei ist es nicht notwendig, das Material zu vermahlen, was bei den trockenen Pulvern erforderlich ist, um eine verbesserte Leistungsfähigkeit zu erzielen.

Aus dem Vorstehenden ist ersichtlich, dass die Erfindung auch stabile Suspensionen einer Verbindung der Formel I in der Form von im wesentlichen der freien Säure in einem wässrigen alkalischen Medium umfasst.

Die folgenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung. Die Teile beziehen sich auf das Gewicht.

Beispiel 1

Zu 275 Teilen des Filterkuchens von 4,4'-Bis-(2-anilino-4-morpholinotriazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure (Feststoffanteil 32%) wurden 3,2 Teile Borax in 77 Teilen Wasser gefügt und die Mischung wurde acht Stunden gerührt, wobei sich eine homogene thixotrope Suspension bildete. Diese weisse Suspension hatte eine Brookfield-Anfangsviskosität bei 20 °C von 18 000 cP bei 6 UpM und 7450 cP bei 60 UpM. Nach sechsmonatigem Stehen bildete sich keine nennenswerte Ablagerung.

Der vorstehende Filterkuchen wurde durch Zusatz von 600 Teilen 1n-Chlorwasserstoffsäure bei 15 bis 20 °C zu einer gerührten Suspension von 250 Teilen der weissen kristallinen β -Form von Di-natrium-4,4'-bis-(2-anilino-4-morpholinotriazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonat in 2000 Teilen Wasser hergestellt. Die Mischung wurde weitere vier Stunden bei 15 bis 20 °C gerührt und anschliessend durch Filtrieren gesammelt und sorgfältig mit Wasser gewaschen, wobei sich ein Filterkuchen mit einem Feststoffgehalt von 32 % bildete.

Beispiel 2

In analoger Weise zu Beispiel 1 wurden 275 Teile eines Filterkuchens von 4,4'-Bis-(2-anilino-4-morpholinotriazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure mit 3,2 Teilen Natriumsilicat in 77 Teilen Wasser behandelt, wobei man eine stabile homogene Suspension der Verbindung erhält.

Die so erhaltene weisse Suspension ist eine steife thixotrope Paste mit einer Brookfield-Ausgangsviskosität bei 20 °C von 70 000 cP bei 6 UpM und > 10 000 cP bei 60 UpM, die keine nennenswerte Absetzung nach sechsmonatigem Stehen zeigte.

Beispiel 3

850 Teile eines Filterkuchens von 4,4'-Bis-(2-anilino-4-morpholinotriazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure wurden in einem «Hidisperser» mit 0,85 Teilen Natriumhydroxid in 100 Teilen Wasser behandelt. Nach vierstündigem Rühren erhielt man eine mobile weisse Aufschlammung mit niedriger Viskosität (Brookfield-Viskosität) bei 20 °C = 45 cP bei 6 UpM und 12 cP bei 60 UpM) und einem Feststoffgehalt von 28 % Gew.-Vol.,

bei der sich nach sechsmonatigem Stehen keine nennenswerte Sedimentation bildete. Wurde diese Aufschlammung in einem Kaltwasserfärbetest wie nachstehend beschrieben verwendet, so erhielt man einen Wert von 90 %, wohingegen das Natriumsalz-Ausgangsmaterial einen Wert von 60 % ergab.

Kaltwasser-Färbung

Es wurde eine Menge der Aufschlammung sorgfältig abgewogen, die 0,06 g des reinen Produkts, berechnet aus dem spektrophotometrischen Gehalt äquivalent war. Diese Menge wurde zu einer Mischung von 40 g Detergensgranulat, das frei von Aufhellern bzw. Glanzmitteln war, und zu 30 g Wasser gefügt und drei Minuten vermischt. Die Mischung wurde über Nacht bei 80 °C getrocknet, gekühlt und das gesamte Material wurde durch ein Sieb von etwa 0,84 mm lichter Maschenweite (20 B. S.-Sieb) geführt und anschliessend in einem verschlossenen Behälter gelagert.

1,6 g der eingebrachten Granulate wurden zu 400 g Wasser in einem Färbegefäss aus rostfreiem Stahl bei 25 °C gefügt. Die Mischung wurde eine Minute unter Anwendung eines mechanischen Rührers mit hoher Geschwindigkeit gerührt, und es wurden 10 g eines Musters aus reiner Baumwolle eingebracht und während zehn Minuten unter konstantem langsamen Rühren gefärbt. Das Muster wurde entfernt, ausgequetscht, mit Wasser

gespült, getrocknet und befeuchtet.

Das Färbetest wurde bei 65 °C wiederholt, wobei man eine durch vollständiges Auflösen von 1,6 g Detergensgranulat in 400 g Wasser durch Erwärmen auf 90 °C und anschliessendes Kühlen auf 65 °C erhaltene Lösung verwendete.

Die Gesamtfluoreszenz der getrockneten befeuchteten Muster wurde unter Anwendung eines Harrison-Fluorimeters mit einem Filter Nr. 2 bestimmt. Die Ablesung der bei 25 °C behandelten Probe wird als der Prozentsatz der Ablesung der bei 65 °C ausgedrückt. Diese Werte sind in den Beispielen angegeben.

Beispiel 4

Das Beispiel 3 wurde wiederholt, wobei jedoch 3,2 Teile Triäthanolamin anstelle des Natriumhydroxids verwendet wurden und man erhielt eine stabile weisse Aufschlammung mit einer Brookfield-Viskosität bei 20 °C von 90 cP bei 6 UpM und 40 cP bei 60 UpM.

Beispiel 5

Durch Zugabe von 1,6 Teilen Diäthanolamin in 10 Teilen Wasser zu 300 Teilen des Filterkuchens von 4,4'-Bis-(2-anilino-4-morpholino-triazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure erhielt man eine stabile weisse Dispersion mit einer Brookfield-Viskosität bei 20 °C von 45 000 cP bei 6 UpM und 4400 cP bei 60 UpM.

Beispiel 6

Durch Ersatz des Diäthanolamins in Beispiel 5 durch 0,9 Teile Monoäthanolamin erhielt man eine steife weisse Paste mit einer Brookfield-Viskosität bei 20 °C von > 100 000 cP bei 6 UpM und 8100 cP bei 60 UpM.

Beispiel 7

Durch Zusatz von 10 Teilen einer Ammoniaklösung (1,15% Gew.-Vol.) zu 100 Teilen eines Filterkuchens von 4,4'-Bis-(2-anilino-4-morpholino-triazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure erhielt man nach zwei Stunden eine steife weisse thixotrope Paste, die nach 24 Stunden leicht beweglich wurde. Das Produkt hatte einen Kaltwasser-Färbewert von 90 %.

Beispiel 8

65 Teile Isopropanol wurden zu 325 Teilen eines Filterkuchens von 4,4'-Bis-(2-anilino-4-morpholino-triazin-6-yl)-amino-

stilben-2,2'-disulfonsäure gefügt. Nach 4½ Stunden erhielt man eine weisse thixotrope Paste mit einer Brookfield-Viskosität bei 20 °C von 8000 cP bei 6 UpM und 1500 cP bei 60 UpM.

Beispiel 9

1,3 Teile Dinatriumhydrogenphosphatdihydrat in 22,5 Teilen Wasser wurden zu einer Mischung von 115 Teilen eines Filterkuchens von 4,4'-Bis-(2-anilino-4-morpholino-triazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure, 35 Teilen Wasser und 10 Teilen Isopropanol gefügt, wobei man innerhalb von 30 Minuten eine thixotrope Paste erhielt.

Beispiel 10

1,3 Teile Dinatriumhydrogenphosphatdihydrat in 22,5 Teilen Wasser wurden zu einer Mischung von 115 Teilen eines Filterkuchens von 4,4'-Bis-(2-anilino-4-morpholino-triazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-sulfonsäure und 40 Teilen Isopropanol gefügt, wobei man während einer Minute eine steife weisse Paste erhielt.

Beispiel 11

Das Beispiel 10 wurde wiederholt, wobei jedoch die 40 Teile Isopropanol durch 40 Teile Diäthylenglykol ersetzt wurden. Man erhält innerhalb einer Minute eine steife weisse Paste.

Beispiel 12

1,3 Teile Dinatriumhydrogenphosphatdihydrat in 22,5 Teilen Wasser wurden zu einer Mischung von 115 Teilen eines Filterkuchens von 4,4'-Bis-(2-anilino-4-morpholino-triazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure, 70 Teilen Wasser und 10 Teilen Diäthylenglykol gefügt, wobei man eine weisse, bewegliche Dispersion mit einer Brookfield-Viskosität bei 20 °C von 6100 cP bei 6 UpM und 630 cP bei 60 UpM erhielt.

Beispiel 13

Durch Zugabe von 25 Teilen Aceton zu 75 Teilen eines Filterkuchens von 4,4'-Bis-(2-anilino-4-morpholino-triazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure erhielt man innerhalb von einer Minute eine steife weisse Paste.

Beispiel 14

1400 Teile eines Filterkuchens von 4,4'-Bis-(2-anilino-4-morpholino-triazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure wurden nach und nach zu 500 Teilen einer gemäss Beispiel 4 hergestellten Aufschlämmung gefügt. Man erhielt eine weisse Aufschlämmung mit einer Brookfield-Viskosität bei 20 °C von 300

cP bei 6 UpM und 115 cP bei 60 UpM. Sie hatte einen Feststoffgehalt von 32 % und ergab einen Kaltwasser-Färbewert von 85 %.

5 Beispiel 15

1 Teil Dinatriumhydrogenphosphatdihydrat in 15 Teilen Wasser wurde zu einer Mischung von 50 Teilen eines Filterkuchens von 4,4'-Bis-[2-anilino-4-bis-(hydroxyäthyl)-aminotriazin-6-yl]-aminostilben-2,2'-disulfonsäure, hergestellt analog zu Beispiel 1 und 50 Teilen Wasser gefügt, wobei man eine steife weisse Paste erhielt.

Beispiel 16

0,6 Teile Borax in 15 Teilen Wasser wurden zu 55 Teilen eines Filterkuchens von 4,4'-Bis-[2-anilino-4-bis-(hydroxyäthyl)-aminotriazin-6-yl]-aminostilben-2,2'-disulfonsäure gefügt. Man erhielt eine viskose weisse Dispersion.

Beispiel 17

20 1 Teil Triäthanolamin in 5 Teilen Wasser wurde zu einer Mischung von 150 Teilen eines Filterkuchens von 4,4'-Bis-[2-anilino-4-bis-(hydroxyäthyl)-aminotriazin-6-yl]-aminostilben-2,2'-disulfonsäure, 120 Teile Wasser und 33,6 Teilen Diäthylenglykol gefügt, wobei man eine weisse bewegliche Dispersion 25 erhielt.

Beispiel 18

Durch Ersatz des Filterkuchens von Beispiel 15 durch dieselbe Gewichtsmenge eines Filterkuchens von 4,4'-Bis-(2,4-dianilino-triazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure, hergestellt in analoger Weise, erhielt man eine steife gelblichweisse Paste.

Beispiel 19

35 Durch Ersatz des Filterkuchens von Beispiel 15 durch das gleiche Gewicht eines Kuchens von 4,4'-Bis-(2-anilino-4-äthylamino-triazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure, hergestellt in analoger Weise, erhielt man eine steife gelbliche Paste.

Beispiel 20

40 Durch Ersatz des Filterkuchens von Beispiel 15 durch das gleiche Gewicht eines Filterkuchens von 4,4'-Bis-(2-anilino-4-N-methyl-N-hydroxyäthyl-aminotriazin-6-yl)-aminostilben-2,2'-disulfonsäure, hergestellt in analoger Weise aus der weissen β-Form des Natriumsalzes, und Zugabe von 1,5 Teilen Dinatriumhydrogenphosphatdihydrat anstelle von 1 Teil erhielt man 45 eine steife gelbe Paste.