(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。Int. Cl.[8]
C09B 67/02 (2006.01)

(45) 공고일자 2006년02월03일
(11) 등록번호 10-0549168
(24) 등록일자 2006년01월26일

(21) 출원번호 10-2000-7000611
(22) 출원일자 2000년01월20일
번역문 제출일자 2000년01월20일
(86) 국제출원번호 PCT/IB1998/001105
국제출원일자 1998년07월20일
(65) 공개번호 10-2001-0022042
(43) 공개일자 2001년03월15일
(87) 국제공개번호 WO 1999/05226
국제공개일자 1999년02월04일

(81) 지정국
국내특허 : 브라질, 중국, 일본, 대한민국, 멕시코, 미국, 인도네시아,

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 아일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투칼, 스웨덴, 핀란드, 사이프러스,

(30) 우선권주장 97810512.0 1997년07월21일 유럽특허청(EPO)(EP)

(73) 특허권자
클라리언트 파이넌스 (비브이아이)리미티드
브리티시 버진 아일랜즈 토르톨라 로드 타운 피오 박스 662 위크햄스 케이 시트코 빌딩

(72) 발명자
슈만베르너
독일데-79588에프린겐-키르첸마파체르스트라세12

그림롤란트
스위스체하-4416부벤도르프미테브륄스트라세18

할디만클라우데
스위스체하-4127비르스펠덴바르텐베르크스트라세41

(74) 대리인
김창세

심사관 : 이동욱

(54) 과립형 압분체, 그의 제조 방법 및 용도

요약

본 발명은 (A) 1종 이상의 수용성 염료 또는 형광 증백제 및 (B) 전색제, 및 선택적으로 (C) 1종 이상의 친수성 계면활성제 및/또는 (D) 추가의 첨가제, 및 추가적으로 (E) 더스트-결합성 오일의 혼합물로 이루어진 과립형 압분체(G)에 관한 것으로, 본 발명의 압분체는 큰 부피 밀도를 갖고 더스트(dust) 함량이 적은 건조 제형물로서, 양호한 용해 특성, 수송 특성 및 저장 특성을 가지며, 여러 기재의 염색에 매우 적합하다.

명세서

기술분야

본 발명은 과립형 압분체, 그의 제조 방법 및 용도에 관한 것이다.

배경기술

상업용 염료 및 형광 증백제는 통상적으로 특정 농도의 활성 성분으로 가장 쓰기 편한 형태로 제형화된다. 수용성 염료 및/또는 형광 증백제는, 예를 들어 농축액 또는 분산액과 같은 액체 형태로 제형화될 수 있는데, 이러한 형태는 상기 제품을 계량하는 측면에서는 몇몇 이점을 제공하지만, 수송 및 저장시 다량의 액체를 취급하는 경우에는 수송 체적 및 저장 체적이 필요할 뿐만 아니라 용기가 임의로 파손되어 액체 제형물이 흘러나오는 경우에 상응하는 결과가 야기될 수 있는 문제점이 있다. 이러한 문제점을 가능한 한 피하기 위해, 상기 수용성 염료 또는 형광 증백제는 건조 제품, 예를 들어 분말, 과립물 또는 성형된 압분체(정제화/브리케트(briquett)화된 압분체 또는 구형화/펠렛(pellet)화된 압분체)로서 제형화될 수 있다. 분말 물질은 종종 자유-유동성이 충분하지 않고/않거나, 더스트(dust)를 형성하려는 경향 및 때때로 부착하려는 경향이 강하여, 용기를 취급하고 상기 물질을 사용하여 상응하는 염욕 또는 증백욕을 제조할 때, 오염 및 제품의 손실에 상응하는 결과가 야기될 수 있다. 이러한 문제점을 감소시키기 위해, 과립물, 주로 속빈 구상물(분무기에 의해) 또는 축적성의 과립물, 특히 유동층형 과립물이 제조되어 왔다. 이러한 과립물은 더스트를 형성하려는 경향은 적지만, 예를 들어 수송, 운반 등의 과정중에 개개의 입자가 서로 마모되거나 또는 속빈 구상물이 파열되어 분말 또는 더스트로 될 수 있으므로, 상기 물질을 다룰 때에도 역시 일정한 수준의 더스트가 형성될 수 있고/있거나, 하향-유동성을 갖는 마모된 분말이 용기의 저부에 침적되어 결과적으로 용기 전체에서 상기 물질의 농도가 균일하지 않을 수 있다. 유동층형 과립물은 속빈 구상물에서와 같이 파열되지는 않지만, 유동층형 과립물을 제조하기 위해서는 활성 물질 및 일정 분량 이상의 첨가제를 물과 혼합한 후, 유동층 과립기에서 건조하여야 하고, 이때 예를 들어 가열에 따른 결과로 열에 불안정한 활성 물질에 악영향이 미칠 수 있으며, 또한 상기 조건하에서 활성 물질이 끈적끈적하게 될 수 있는 등 제조가 매우 까다롭다는 문제점을 갖는다. 이와같이 구조화된 과립물의 개개의 입상물은 비교적 다량의 빈 공간을 갖기 때문에, 첨가된 비교적 큰 함량비의 더스트방지제는 그의 효과량이 과립물의 외부 표면상에 존재하기 전에 빈 공간으로 침투된다. 이러한 문제점을 회피하기 위해, 염료 또는 증백제를 굵은 과립형 압분체(예를 들어, 3 내지 10㎜ 크기의 브리케트 또는 펠렛)로서 성형하는 경우에는, 상기 압분체내 활성 성분의 용해 속도가 감소되고 불규칙해지는 문제점이 발생할 수 있으며, 또한 입자들을 캡핑(capping)한 결과로서 포장된 염료에서 역시 분말 및 더스트가 형성될 가능성이 있다.

유럽 특허원 제 0115634 호 및 유럽 특허원 제 0612537 호에는 건조 물질, 예를 들어 염료를 더스팅방지제와 함께 분무할 수 있는 특정한 기계가 개시되어 있다. 유럽 특허원 제 0115634 호에는 마모에 민감한 물질, 예를 들어 분무 건조된 염료 또는 염료물질의 속빈 비드(bead)를 회전 관형 혼합기에서 처리하는 것이 개시되어 있고, 유럽 특허원 제 0612537 호에는 염료물질 분말 및 과립물중에서 미세한 입자 크기의 고형물을 액체, 예를 들어 더스팅방지제로 초음파 분무기가 장착된 혼합기에서 처리하는 것이 개시되어 있다.

유럽 특허원 제 0028379 호, 유럽 특허원 제 0264049 호, 프랑스 특허 제 2,387,270 호 및 독일 특허 제 3,248,504 호에는 축적성 과립화에 의해 수용성 과립물을 제조하는 방법이 개시되어 있다. 프랑스 특허 제 2,387,270 호(독일 특허 제 2,716,478 호에 상응) 및 독일 특허 제 3,248,504 호에는 유동층 과립기가 개시되어 있다. 유럽 특허원 제 0028379 호에는 특정한 과립화 보조제를 사용하여 유동층형 과립물을 제조하는 방법이 개시되어 있다. 유럽 특허원 제 0264049 호에는 혼합 단계, 과립화 단계 및 유동층 건조 단계에 의해 염료의 축적성 과립물을 제조하는 다단계 제조 방법이 개시되어 있지만, 상기 유럽 특허원의 서론에는 유동층 과립화의 몇몇 문제점(예를 들어, 장기간의 영구성, 및 많은 톤수의 물질 생산시 규모가 크고 값이 비싼 기계가 필요함)이 지시되어 있다.

미국 특허 제 5,507,991 호에는 물/염료 혼합물(분무 건조된 FD&C 염료를 물과 혼합하여 제조함)로부터 압출물을 제조하는 방법이 기술되어 있지만, 이 방법에서는 첨가된 물을 다시 제거하기 위해 압출 후에 건조, 예를 들어 90 내지 130℃의 오븐에서 수 시간 동안 건조하는 것이 필요하고, 이러한 압출물도 신장된(대부분 원통형) 형태 및/또는 건조시 수분 증발에 의해 생성된 다공성에 의해 안정성이 매우 적어 수송 및 운반시 쉽게 부서져 더스트를 또한 형성할 수 있는 문제점을 갖는다. 미국 특허 제 5,537,991 호의 서론(칼럼 2, 55 내지 60행)에는 또한 압분체 물질 및 과립화 물질이 마모 및 분해되기가 매우 쉬워, 이들이 실제로 사용가능하지 않음이 개시되어 있다. 프랑스 특허 제 2,645,164 호에는 압출 전에 더스팅방지제를 추가로 혼합함을 포함하는 준건조된 물질의 압출 방법이 공지되어 있지만, 이들 압출물은 덜 조밀하게 충전되어 덜 안정하며, 여전히 이동(한 용기에서 다른 용기로의 수송, 운반)시 부서지기 쉽다.

프랑스 특허 제 2,373,591 호에는 접착제, 더스트 응집제 및 예열된 염의 혼합물, 및 추가의 부가물을 사용하여 더스트 함량이 적은 염료 분말을 제조하는 방법이 개시되어 있는데, 이 특허에는 또한 제조된 염료 조성물이 선택적으로 압분화될 수 있다고 추가로 언급되어 있다.

미국 특허 제 3,583,877 호에는, 예를 들어 수송 및 운반시 형태 안정성 및 용해 속도에서 전술한 문제점을 나타내는 펠렛화되거나 브리케트화된 염기성 염료의 제조 방법이 공지되어 있다.

미국 특허 제 3,034,848 호에는 휘발유에는 가용성이지만 물에는 가용성이 아닌 특정 염료의 압분화 방법이 개시되어 있다.

스위스 특허 제 492,007 호에는 얼음 조각 및 결합제의 존재하에 염료물질 분말을 혼합하여 매우 미세한 입자 크기의 비압분화된 빵가루 형태의 물질을 수득하는 방법이 공지되어 있는데, 이러한 물리적 형태는 충분한 가용성 및 용해 속도를 수득하기 위해서 바람직한 반면, 더 큰 크기의 입자, 예를 들어 과립물, 브리케트 및 정제의 제조는 이들이 열악한 수용성 및 출발 물질의 특성과는 다른 특성을 갖짐에 기인한 문제점을 갖는 것으로 지적되어 있다(칼럼 1, 25 내지 30행).

독일 특허 제 3,248,504 호에는 그밖의 염료중에서 수용성 성분의 유동층형 과립물을 제조하는 방법이 개시되어 있는데, 명세서의 서론(3면, 두 번째 단락)에서 경질 표면을 갖는 입자(예를 들어, 전술한 정제 및 브리케트를 비롯하여, 또한 일반적으로 추가의 압분체 또는 압출 물질도 포함한다)는 거의 용해되지 않기 때문에 원하는 용해 속도가 달성되지 않음을 충고하고 있다.

발명의 상세한 설명

현재, 전술한 여러 견해에도 불구하고 놀랍게도, 이하에 개시되고 정의한 바와 같은 건식 압분화(조밀화), 특히 롤 프레스(roll press)를 사용하는 압분화 및 과립화에 의해 수득될 수 있는 수용성 염료 또는 형광 증백제의 과립물이 안정성 측면, 용해 속도 측면, 및 드럼(drum) 또는 팩(pack)의 반복된 수송 및 운반후에도 적은 더스트 함량을 갖는다는 측면에서 주목할만 하며, 유동층형 과립물에서 요구되는 물과의 혼합 및 증발과 같은 수고스러운 과정이 필요하지 않을 수 있음이 밝혀졌다.

본 발명은 과립형 압분체, 그의 제조 방법 및 용도에 관한 것이다.

따라서, 본 발명은 먼저

(A) 1종 이상의 수용성 염료 또는 형광 증백제 및

(B) 전색제, 및 선택적으로

(C) 1종 이상의 친수성 계면활성제 및/또는

(D) 추가의 첨가제, 및 추가적으로

(E) 더스트-결합성 오일

의 혼합물로 이루어진 과립형 압분체(G)를 제공한다.

본 발명의 과립형 압분체(G)에서 활성 성분, 즉 성분 (A)로는, 임의의 바람직한 수용성 염료 또는 형광 증백제, 특히 실온(=20℃)에서 물에 1g/ℓ 이상으로 용해되고 적용 조건하에서는 5g/ℓ 이상으로 용해되는 염료 또는 형광 증백제를 사용할 수 있다.

하기 염료 및 증백제 그룹이 특히 (A)로서 지칭될 수 있다:

(A1) 1개 이상의 수용성 음이온성 치환체, 특히 바람직하게는 염 형태(알칼리 금속 염 및/또는 암모늄 염)의 1개 이상의 설폰산 기 또는 카복실산 기, 또는 1개 이상의 금속 착체 기 또는 1개 이상의 티올레이트 또는 옥살레이트 기를 함유하는 음이온성 염료. 상기 염료 또는 형광 증백제는 당해 분야에 일반적으로 공지되어 있고, 기술 문헌에서, 예를 들어 칼라 인덱

스(Colour Index)에 나타나 있는 표기명으로 특히 직접염료, 산 염료, 반응성 염료, 매염 염료, 현색 염료, 배트 염료 및 황 염료로서 폭넓게 기술되어 있으며, 이때 배트 염료의 수용성 형태는 류코(leuco) 형태이고, 황 염료의 수용성 형태도 마찬가지로 류코 황 염료 형태 또는 번트(Bunte) 염 형태이다. 상기 염료중 본 발명의 과립화에 특히 바람직한 염료는 직접염료, 산 염료 및 반응성 염료(금속 착체 함유)인데, 이들은 분자 1개당 1개 이상, 바람직하게는 2개 이상의 수용성 치환체, 특히 설포 기를 함유하고, 일부 금속 착체 염료는 상기 치환체가 없어도 충분한 수용성을 갖는다.

(A2) 1개 이상의 4급 암모늄 기 또는 양성자첨가되거나 양성자첨가될 수 있는 아미노 기(예를 들어, 헤테로환의 일부로서)를 함유하는 양이온성 특징부를 갖고, 2개 이상의 양이온성 치환체를 함유하는 경우, 또한 1개 이상의 음이온성 치환체도 함유할 수 있는 염료. 이러한 유형의 염료도 마찬가지로 당해 분야에 공지되어 있고, 기술 문헌, 예를 들어 칼라 인덱스에서 "염기성 염료"로서 폭넓게 기술되어 있다.

(A3) 치환되거나 치환되지 않을 수 있는 수용성 기 및 치환체(주로 카바모일 기 및 설파모일 기)를 함유하는 수용성, 비이온성 염료.

(A4) 수용성 형광 증백제. 이들은 수용성 음이온 치환체(주로 설포 기) 또는 양이온성 치환체(주로 4급 암모늄 기 또는 양성자첨가되거나 양성자첨가되지 않은 아미노 기 또는 질소-함유 염기성 헤테로환)를 포함하는 음이온성 또는 양이온성 증백제일 수 있다. 상기 형광 증백제도 또한 당해 분야에 널리 공지되어 있으며, 기술 문헌, 예를 들어 칼라 인덱스에서 "형광 증백제"로서 폭넓게 기술되어 있다.

염료 또는 형광 증백제 (A)는 여과, 및 경우에 따라 여과박의 세척 및 건조 후에 제조된 형태, 또는 분말로서 사용될 수 있다. 염-함유 용액 및/또는 부산물 함유 용액 형태의 수용성 염료 및 형광 증백제는 경우에 따라 멤브레인(membrane) 여과에 의해 탈염되거나 정제될 수 있고, 정제된 농축액 형태의 수용성 염료 및 형광 증백제는 (B), 및 경우에 따라 (C) 및/또는 (D)와 혼합된 후, 건조될 수 있다. (A)가 매우 순수한 형태로 수득되는 경우, 및/또는 제조물에 존재하는 임의의 부산물 및/또는 제조물로부터 유래한 임의의 염 성분이 최종 물질에서 분해되지 않는 경우, 염료 및/또는 형광 증백제 (A)는 이들이 형성된 용액에서 직접, 또는 적절한 pH 및 온도 조건하에서 물에서 여과박을 용해시킨 후에, 필수적으로 (B) 및 바람직하게 (C), 및 경우에 따라 (D)와 혼합한 후, 건조할 수 있다. 또한 여과박을 (B) 및/또는 바람직하게 (C), 및 경우에 따라 (D)를 함유하는 용액으로 반죽한 후, 생성된 수성 혼합물을 건조할 수 있다. 바람직하게는 여과박을 (B) 및/또는 (C)의 존재 또는 부재하에 먼저 건조한 후, 남아있는 성분들과 혼합하거나, 압착 케이크를 선택적인 추가의 첨가제 (B), (C) 및/또는 (D)와 혼합한다.

전색제 (B)로는 주로 다음을 고려할 수 있다:

(B1) 전해질 전색제, 특히 무기산 또는 저분자량 지방족 카복실산(예를 들어, C_2-C_6)의 염, 주로 알칼리 금속 염, 마그네슘 염 및/또는 암모늄 염(예를 들어, 염화물, 황산염, 탄산염 또는 인산염), 바람직하게는 염화리튬, 염화나트륨, 염화칼륨, 염화마그네슘, 황산나트륨(예를 들어, 글라우버(Glauber)의 염), 탄산나트륨, 탄산칼륨, 및 특히 완충 성분으로서 인산일나트륨, 인산이나트륨, 인산일칼륨 및/또는 인산이칼륨.

(B2) 비전해질 전색제, 특히 비이온성 전색제, 예를 들어 올리고당류, 다당류(예를 들어, 덱스트린), 아미드, 폴리글리세롤, 폴리비닐 알콜, 300 이상의 분자량, 특히 600 내지 2000의 분자량을 갖는 폴리에틸렌 글리콜(카보왁스(Carbowax)), 폴리비닐피롤리돈 및 선택적으로 우레아.

(B1) 유형의 염, 특히 염화나트륨 및/또는 글라우버의 염은 (적어도 부분적으로는) 수용성 염료 또는 형광 증백제의 제조에서 이미 존재할 수 있고/있거나 전색제 성분으로서 첨가될 수 있다. (B2) 유형의 비이온성 첨가제는 수용성 염료 및/또는 형광 증백제가 실질적으로 염이 없는 형태로 (예를 들어, 멤브레인 여과에 의해, 또는 산성화 및/또는 추출에 의해) 수득될 때 특히 적합하다.

(G) 중 수용성 염료 및/또는 형광 증백제의 목적하는 농도에 따라, (G) 중 (B)의 함량이 다양할 수 있다. 중량비 (B)/(A)는, 예를 들어 1/100 내지 9/1, 특히 1/50 내지 5/1, 바람직하게는 1/10 내지 2/1의 범위이다.

적합한 계면활성제 (C)는 친수성 특징이 우세하고 적어도 물에 콜로이드 가용성인 것, 특히 습윤제로서 작용하는 것이다. 계면활성제의 이온화도는 다양하며, 특히 다음과 같다:

(C1) 비이온성 계면활성제, 특히 에틸렌 옥사이드, 및 경우에 따라 프로필렌 옥사이드의 1개 이상의 친유성 탄화수소 라디칼을 함유하는 방향족 및/또는 지방족 하이드록시, 카복시 또는 카바모일 화합물과의 부가물. 이때, 친유성 라디칼은, 예를 들어 상응하는 지방산으로부터 유래한 것과 같은 C_9-C_{24}, 바람직하게는 C_{12}-C_{20} 의 지방족 라디칼이거나, 또는 치환체로서 1개 또는 2개의 총 C_4-C_{18}의 알킬 라디칼, 특히 1개 또는 2개의 C_4-C_9의 알킬 라디칼 또는 1개의 C_8-C_{12}의 알킬 라디칼을 포함하는, 상응하는 알킬-치환된 페놀, 또는 스티릴페놀로부터 유래한 것과 같은 알킬-치환된 페닐 라디칼이다. 특히 에틸렌 옥사이드, 및 경우에 따라 프로필렌 옥사이드의 지방 알콜, 알킬페놀, 지방산, 지방산 아미드, 지방산 디에탄올아미드, 지방산 디이소프로판올아미드, 지방산 모노글리세라이드, 지방산 디글리세라이드, 소르비탄 일지방산 에스테르, 소르비탄 이지방산 에스테르 또는 피마자유와의 부가물을 지칭할 수 있다. 하이드록시 화합물 1몰당 에틸렌 옥사이드의 몰수는 생성된 계면활성제가 본질적으로 뛰어난 친수성을 갖도록, 바람직하게는 7 이상의 친수성-친유성 조화도(hydrophile-lipophile balance, HLB), 예를 들어 7 내지 16, 바람직하게는 8 내지 14의 HLB를 갖도록 적절하게 선택된다. 프로필렌 옥사이드와의 부가물도 형성되는 경우, 그의 양은 계면활성제의 친수성 성질을 손상시키지 않도록, 바람직하게는 에틸렌옥시 단위가 프로필렌옥시 단위보다 우세하도록 적절하게 선택된다. 무엇보다도 지방산 폴리글리콜에스테르, 및 에틸렌 옥사이드와 지방 알콜의 부가물 및 에틸렌 옥사이드와 알킬 페놀의 부가물이 바람직하다.

(C2) 음이온활성 계면활성제, 특히 1개 이상의 친수성 음이온성 기, 예를 들어 설폰산 또는 황산 에스테르 기, 포스폰산 또는 인산 에스테르 기 또는 카복실산 기를 포함하고, 친유성 라디칼이, 예를 들어 7 내지 24개의 탄소 원자를 함유하거나, 또는 치환되거나 치환되지 않은 나프탈렌설폰산 및/또는 벤젠 화합물로부터 유래하는 것. 이러한 계면활성제의 예는 다음과 같다: 알킬벤젠설포네이트, 알킬페놀 설페이트 및 모노알킬-치환된 설포숙시네이트 또는 디알킬-치환된 설포숙시네이트(이때, 알킬 라디칼은, 예를 들어 1 내지 18개, 바람직하게는 1 내지 12개의 탄소 원자를 함유한다), C_9-C_{24}-알칸설폰산, C_9-C_{24}의 지방 알콜 설페이트, 리그닌설포네이트, 황산화된 피마자유, 석유 설포네이트, C_{13}-C_{16}의 파라핀 설포네이트, 치환되지 않거나 일-C_1-C_4-알킬-치환되거나 이-C_1-C_4-알킬-치환된 나프탈렌설폰산과 포름알데하이드의 축합 생성물, 및 선택적으로 페놀 및/또는 설폰화된 페놀, 톨루엔, 디페닐 에테르 및/또는 디톨릴 에테르, 지방산(비누), 또는 (C1) 유형의 비이온성 계면활성제의 황산화되거나 인산화되거나 카복시메틸화된 유도체. 음이온성 계면활성제는 바람직하게는 그의 알칼리 금속 염, 마그네슘 염 또는 암모늄 염, 가장 간단하게는 나트륨 염, 칼륨 염, 또는 암모늄 염의 형태이다.

(C3) 양이온활성 계면활성제, 예를 들어 상기 정의한 바와 같은 1개 이상의 친유성 라디칼, 및 양성자첨가될 수 있는, 1개 이상의 1급, 2급 또는 3급 염기성 아미노 기, 또는 4급 암모늄 기를 함유하는 것. 이러한 계면활성제의 예는 다음과 같다: 지방 아민 또는 지방 아미노알킬아민(이들은 에피클로로하이드린과 반응한 후에, 메틸, 벤질 및/또는 에틸로 알킬화될 수 있고/있거나, 에틸렌 옥사이드, 및 경우에 따라 프로필렌 옥사이드와 반응할 수 있으며, 4급화될 수 있다); 알킬렌디아민, 디알킬렌트리아민 또는 트리알킬렌테트라아민의 아실화 생성물, 또는 하이드록시알킬알킬렌디아민의 아실화 생성물(이들은 1개 이상의 염기성 질소를 함유하고, 알킬화될 수 있고/있거나, 에틸렌 옥사이드, 및 경우에 따라 프로필렌 옥사이드와 반응할 수 있으며, 4급화될 수 있다). 상기에서 2개의 질소 원자 사이의 알킬렌 쇄는, 예를 들어 2 내지 6개의 탄소 원자, 바람직하게는 2 또는 3개의 탄소 원자를 함유하고, 하이드록시알킬 라디칼은, 예를 들어 에탄올 또는 이소프로판올이다. 에틸렌디아민, 디에틸렌트리아민 또는 에틸렌-프로필렌트리아민의 아실화 생성물은 경우에 따라 상응하는 이미다졸린으로 환상화될 수 있고, 이미다졸린 고리의 염기성 질소는 경우에 따라 4급화될 수 있다.

서로 반대되는 이온화도를 갖는 염료(또는 형광 증백제) 및 계면활성제는 함께 침전하려는 경향이 있을 수 있으므로, 바람직한 조합은 음이온성 염료 또는 형광 증백제와 음이온성 계면활성제 및/또는 비이온성 계면활성제의 조합, 및 양이온성 또는 염기성 특징의 염료 또는 형광 증백제와 양이온성 계면활성제 및/또는 비이온성 계면활성제의 조합이다.

선택적으로 비이온성 계면활성제와 음이온활성 또는 양이온활성의 계면활성제의 혼합물을 또한 사용할 수 있다.

계면활성제 (C) 대 염료 또는 증백제 (A)의 중량비는, 예를 들어 0.01/100 내지 100/100, 유리하게는 0.05/100 내지 50/100, 바람직하게는 0.1/100 내지 10/100의 범위이다.

첨가제 (D)로는 그밖의 제형용 첨가제, 특히 제형물에서는 주로 보존제로서, 또는 저장 용액 또는 저장 욕에서는 주로 제형 보조제로서 첨가될 수 있는 통상적으로 공지된 성분을 사용할 수 있고, 특히 (D1) 살진균제, 살균제 및/또는 소포제, (D2) 가용화제 및 (D3) 보조제가 있다.

살진균제 및 살균제 (D1)으로는 각각의 추천된 농도로 사용될 수 있는, 일반적으로 공지된 제품, 예를 들어 상업적으로 시판중인 제품을 사용할 수 있다. 소포제 (D1)으로서도 또한 각각의 추천된 농도로 사용될 수 있는, 일반적으로 공지된 제품, 예를 들어 상업적으로 시판중인 제품을 사용할 수 있다.

(D2)로는, 예를 들어 하기 (E1)에서 구체적으로 후술하는 것을 비롯하여 가용화제 특성을 갖는 일반적으로 공지된 제품을 사용할 수 있다.

(D3)로는 수중에서 경도를 형성하는 이온, 및 수욕중의 철 이온을 결합시키기 위해 사용될 수 있는 통상적인 착물화제, 주로 아미노폴리카복실산, 아미노폴리메틸렌포스폰산 또는 중합체성 카복실산, 예를 들어 니트릴로트리아세트산, 에틸렌디아민테트라아세트산, 디에틸렌트리아민-펜타아세트산 또는 -펜타메틸렌포스폰산, (코)폴리(메트)아크릴산 및 (메트)아크릴산/말레산 공중합체(이들은 유리하게는 알칼리 금속 염 형태, 바람직하게는 나트륨 염 형태로 사용된다)를 사용할 수 있다.

성분 (D)는 (G)에 상대적으로 염료 제형물에 통상적인 바와 같은 소량, 예를 들어 0 내지 10 중량%, 주로 0 내지 5 중량%로 (G)에 존재할 수 있다. (G)내 보존제 및 소포제 (D1)의 함량은, 예를 들어 0 내지 2 중량%이고, (G)내 가용화제 (D2)의 함량은, 예를 들어 0 내지 5 중량%이고, (D2)가 사용되는 경우 (G)를 기준으로 0.2 내지 2 중량%의 (D2)가 바람직하며, 이 경우에 (D2)/(A)의 중량비는 유리하게는 0.004/1 내지 0.2/1의 범위이고, (G)내 (D3)의 함량은, 예를 들어 0 내지 5 중량%이다.

(A)+ (B)+ (C)+ (D)의 합(여기에서 100%로 설정됨)을 기준으로 (A)의 함량은 유리하게는 10 중량% 이상, 주로 10 내지 80 중량%, 바람직하게는 20 내지 75 중량%이고, (C)의 함량은 유리하게는 0.1 내지 10 중량%, 바람직하게는 0.2 내지 4 중량%이고, (D)의 함량은 유리하게는 0 내지 5 중량%이며, (B)의 함량은 100 중량%가 되게 하는 나머지 함량이다. 성분 (B) 대 (A), (C) 대 (A), 및 (D2) 대 (A)의 중량비는 유리하게는 전술한 범위내이다.

성분 (A), (B), 및 경우에 따라 (C) 및 (D)(존재한다면)를 용해된 형태로 서로 혼합하고 건조한 후, 압분화(조밀화)시키거나; 또는 바람직하게는 성분 (C), 및 (D)(존재한다면)를 건조된 (A) 및 (B)와 혼합하거나 아니면 (A) 및 (B)를 함유하는 수분기 있는 여과박과 혼합한 후, 필요한 경우 압분화 또는 조밀화 이전에 건조시킬 수 있다. 본원에서 건조 물질이란 화학적으로 결합되지 않은 물, 즉 이후의 건조 과정에 의해 제거될 수 있는 물을 15 중량% 이하, 특히 7 중량% 이하로 함유하는 물질을 의미한다.

성분 (E)는 적절하게는 건조 단계 후, 특히 압분화 단계 후 및 입자 크기 조정 단계 후에 첨가된다. 본 발명의 특정 양태에 따라, (D1)도 또한 입자 크기 조정 단계 후에 첨가될 수 있다.

(E)로서 적합한 물질은, 예를 들어 적절한 유화제의 존재하에 점성의 수용성 물질 및 자체로는 수용성이 아닌 오일이다. (E)로서 특히 적합한 물질은 다음과 같다:

(E1) 저분자량 폴리올, 예를 들어 특히 C_2-C_6의 디올 또는 트리올, 또는 이들의 모노-저급-알킬 에테르, 예를 들어 글리세롤, C_2-C_6-알킬렌 글리콜, 올리고-(C_2-C_4-알킬렌) 글리콜 에테르 및 그의 C_1-C_4-알킬 모노에테르, 바람직하게는 모노프로필렌 글리콜 모노메틸 에테르 또는 디프로필렌 글리콜 모노메틸 에테르;

(E2) 150 이상, 예를 들어 150 내지 900의 평균 분자량을 갖는 폴리에틸렌 글리콜, 바람직하게는 액체 등급, 특히 170 내지 600 범위의 평균 분자량을 갖는 폴리에틸렌 글리콜;

(E3) 유화형 계면활성제 시스템과 혼합될 수 있는 소수성 오일, 예를 들어 유화형 계면활성제(예를 들어, 지방산 및/또는 비누와 같은 전술한 계면활성제)와 혼합된 탄화수소 오일(주로 지방족 및/또는 방향족-지방족 오일, 예를 들어 파라핀유, 광유 및/또는 페닐알칸); 수소화될 수 있는 트리글리세라이드, 예를 들어 팜유, 피마자유 또는 코코넛유(전술한 바와 같은 계면활성제와 조합될 수 있다); 또는 가수분해, 에스테르 교환반응 및/또는 설포 기의 도입(황산화, 아황산화 또는 설폰화에 의해) 등에 의해 적어도 부분적으로 유화성이 변형될 수 있는 지방액화성 오일(다른 용도로서 가죽을 기름먹이기 위해 사용되는 것과 같은 오일).

성분 (E1) 및 (E2)는 일반적으로 수용성이다. 성분 (E3)는 유리하게는 충분한 계면활성제와 혼합되거나, 또는 물에 자가-유화될 수 있는 정도로 친수성으로 변형된다. 소수성 오일을 유화시키기 위해, 상응하는 유화제는 효과량, 적합하게는 단

순히 오일/유화제 혼합물을 물에 부음으로써 각 오일을 유화시키기에 충분한 양, 및/또는 오일이 건조 과립물을 오염시키지 않으면서 과립물에 고착되도록 하는, 즉 오일상과 고체상(과립물) 사이에서 계면-활성 제제로서 작용하는 양 이상으로 사용된다. 바람직하게 사용되는 계면활성제는 상기 (C)에서 설명한 바와 같은 것이다. 오일에 대한 이들의 정량비는, 예를 들어 0.01/1 내지 1/1, 유리하게는 0.02/1 내지 0.5/1, 바람직하게는 0.03/1 내지 0.2/1의 범위이다. 본 발명의 또다른 양태에서, 오일 (E3)는 계면활성제와 혼합되지 않는다.

계면활성제-함유 오일 (E3)가 (E)로 사용된다면, 경우에 따라 (E) 형태로 계면활성제 (C)의 적어도 일부분을 첨가할 수 있다. 경우에 따라, 모든 계면활성제 (C)를 (E3)의 형태로 첨가할 수 있다.

본 발명의 한 양태에서, (E)로서 사용된 성분은 오일이 또한 발포-억제 효과를 갖는 탄화수소 오일 또는 탄화수소 오일의 혼합물이어서, (D1)으로서 소포제를 별도로 첨가하는 것을 생략할 수 있게 하는 혼합물 (E3)를 포함한다.

더스트-결합성 첨가제 (E)는 적절하게는 효과량으로 사용된다. 과립형 물질(G)은, 예를 들어 0.05 내지 10 중량%의 (E), 유리하게는 0.1 내지 6 중량%의 (E), 바람직하게는 0.1 내지 3 중량%의 (E)를 함유한다.

(A) 및 (B), 및 또한 첨가된다면 압분화 전에 적어도 부분적으로 첨가되는 (C), 및 경우에 따라 (D)의 건조 혼합물을 통상적인 가압식 압분화 기계, 예를 들어 압분화될 건조 물질이 유리하게는 웜(worm)(충전형 스크류)에 의해 공급되는, 트레이스 프레스(trace press) 또는 바람직하게는 롤 프레스에 의해 압분화될 수 있다. 특히 압분화될 물질이 프레스 롤 사이의 웜에 의해 공급되어 웜에서 예비압분화 공정이 일어나고 이후의 압분화 공정이 프레스 롤 사이에서 행해지는 기기를 사용하는 것이 유리하다. 압분화 작용은 기기의 종류 및 부속품, 주로 롤의 종류, 및 특히 롤 사이의 압력에 의해 영향을 받을 수 있으며, 적절한 롤, 바람직하게는 파형(波形) 롤, 예를 들어 미세하게 주름진 파형 롤 표면 내지 굵게 주름진 파형 롤 표면(미세하게 주름진 파형 롤이 본 발명에 바람직하다)을 갖는 시이트-제조용 롤을 고르는 것이 바람직하다. 롤의 직경은 조립체의 크기에 따라 다양할 수 있으며, 예를 들어 12㎝ 내지 1m이고, 대부분의 경우 12 내지 50㎝ 범위의 직경을 갖는 롤, 예를 들어 바람직하게는 12 내지 30㎝, 특히 25㎝ 이상, 특히 35㎝의 직경을 갖는 롤을 사용하여 만족할만한 수율을 수득할 수 있다. 프레스-롤 장치에서 롤 압력은 유리하게는 0.4t/㎝RL(t/㎝RL=롤 길이 1㎝당 톤수)보다 크고, 152㎜ 직경의 롤의 경우, 예를 들어 0.4 내지 18t/㎝RL의 범위로 다양할 수 있으며, 롤 압력은 하기 수학식 1에 따라 롤 직경에 비례하여 변한다:

수학식 1

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

상기 식에서,

d_1은 롤 1의 직경이고;

d_2는 롤 2의 직경이고;

k는 시스템의 전형적인 상수이고;

p_1은 롤 1의 롤 압력이고;

p_2는 롤 2의 상응하는 롤 압력이다.

상수 k는 일반적으로 약 1이거나 1에서 거의 벗어나지 않는다. 계산시 주로 k=1을 사용할 수 있다.

본 발명의 과립형 압분체(G)의 제조에서, 롤 압력(152㎝ 직경의 롤을 기준으로)은 9t/㎝RL 미만, 특히 6t/㎝RL 이하가 바람직하다. 0.6t㎝/RL 이상, 바람직하게는 0.6 내지 3t/㎝RL의 범위의 롤 압력(152㎝ 직경의 롤을 기준으로)으로 작업하는 것이 유리하며, 2t/㎝RL 이하의 롤 압력에서 뛰어난 품질을 갖는 과립형 물질(G)을 제조할 수 있다. 이러한 절차에서 유리하게, 압분화된 물질의 밀도(슬러그(slug) 또는 시이트 밀도)는 가능한 한 크고, 특히 (E)로 아직 처리되지 않은 형태에서는 1g/㎤ 이상이다.

압분화 공정은 유리하게는, 경우에 따라 압분화 압력에 의해 생성된 내열을 제외하고는 열의 외부 공급 없이 행해진다. 압분화 압력에 의해 30℃ 이하, 예를 들어 15℃ 이하로 온도가 증가될 수 있고, 압분화 공정은 유리하게는 15 내지 60℃, 바람직하게는 20 내지 40℃ 범위의 온도에서 행해진다. 경우에 따라, 진공하에서 및/또는 롤을 냉각시키면서 행해질 수 있다.

그다음 압분화 결과 생성된 스트랜드(strand)(충전기로부터) 또는 시이트 또는 슬러그(프레스 롤로부터)를 선택적으로 조분획화시킨 후에, 적절한 과립기에서 분쇄하여, 규정 크기의 생성물(=원하는 입자 크기의 과립물)을 크기 미달 생성물 및/또는 크기 초과 생성물(=원하는 입자 크기보다 더 미세하거나 더 굵은 입자 크기를 갖는 과립물)로부터 분리하며, 특히 2개 이상의 체를 통과시켜 원하는 규정 크기의 생성물을 스크리닝(screening)한다. 체(또는 체 인서트(insert))는 규정 크기 생성물의 입자 크기가 원하는 범위, 주로 0.1 내지 3㎜의 범위내이도록 선택하고, 제 1 체에 남아있는 크기 초과 생성물은 분쇄 공정으로 복귀시키고 마지막 체까지 통과한 크기 미달 생성물은 (예비)압분화 공정으로 복귀시킨다. 본 발명의 과립형 압분체(G)는 유리하게는 작은 크기 내지 중간 크기이고, 바람직하게는 3㎜ 미만, 예를 들어 1.5㎜ 미만, 유리하게는 0.3㎜보다 큰 과립물 크기를 가지며, 특히 0.3 내지 1.2㎜, 바람직하게는 0.3 내지 1㎜, 더욱 바람직하게는 0.4 내지 1㎜ 범위의 크기를 갖는다.

과립기는 유리하게는 최대 입자 크기를 초과하지 않는 과립물이 수득되도록 선택한다.

건식 압분화/과립화 공정은 공지된 기계로 행해질 수 있다. 적절한 기계의 예로는 베펙스 게엠베하(BEPEX GmbH)(독일 라인가르텐 소재)의 컴팩터 시리즈(Compactor series) K("Kompacktor Baureihe K")의 압분화 기계, 또는 알렉산더베르크 아게(ALEXANDERWERK AG)(독일 렘샤이트 소재)의 WP 50/75, WP 170V 파마(Pharma) 또는 WP 150/250 또는 WP 150/250V 유형의 압분화/과립화 기계를 들 수 있다. 과립기는 미세한 더스트를 제거하는 시스템을 포함할 수 있거나, 또는 과립기 뒤에 미세한 더스트를 제거하는 시스템이 이어질 수 있다. 시이트 또는 슬러그가 부셔지고/지거나 과립화될 때 형성될 수 있는 미세한 더스트를 제거함으로써, 목적량 또는 최적량의 (E)를 최소량, 예를 들어 (G)를 기준으로 2 중량% 이하의 (E)의 양으로 줄일 수 있다.

(E)로 처리하는 것은 적절하게는 크기 미달 생성물과 크기 초과 생성물로부터 규정 크기의 생성물을 분리한 후에 행해진다. 유리하게는, 과립화된 생성물은 (E)와 함께 분무되고, 이와 동시에 및/또는 그 후에 과립물 표면상에 (E)의 분포 및 혼합을 향상시키기 위해 (E)와 혼합된다.

전체 기기는 압분화기(바람직하게는 웜-형 예비압분화기(precompactor)와 프레스 롤러의 한 쌍으로 이루어진다)가 과립화 기기(예비과립화기가 있거나 없을 수 있고, 크기 초과 생성물과 크기 미달 생성물로부터 규정 크기 생성물을 분리하는 체 단위가 부착된 과립기)와 직접 연결되고, 규정 크기의 생성물의 출구가 (E)와의 혼합을 위한 혼합 기기로 이어지도록 된 구성을 가질 수 있다. 그다음 (E)로 처리되어 생성된 과립형 물질(G)은, 예를 들어 드럼(예를 들어, 금속 드럼 또는 카드보드(cardboard)나 칩보드(chipboard)로 제조된 용기) 또는 탱크(예를 들어, 로드 탱커(road tanker) 또는 철도 수송에 적합한 탱크)와 같이 상기 과립물을 나르는 각 용기가 적재될 수 있는 사일로(silo)에 저장될 수 있다. 자체 공지된 적절한 주의 사항을 준수함으로써, 압분화, 과립화, 및 크기 미달 생성물과 크기 초과 생성물(존재한다면)의 재순환 공정 등의 전체 공정이 실질적으로 더스트 없이 행해질 수 있으며, 특히 상기 공정을 적절하게 밀봉된 기기에서 수행하고, 예를 들어 감압에서 작용하는 적절한 더스트-수거 여과기를 사용함으로써 연속적으로 행해질 수 있다.

본 발명의 과립형 압분체(G)는 적은 더스트 함량 및 수송과 저장시의 안정성 측면에서 주목할만 하고, 염색 작업에 사용하는데 적합한 최적 용해 속도 또는 충분한 용해 속도를 특징으로 한다. 본 발명의 과립형 압분체는 매우 간단하게 경제적으로 제조할 수 있으며, 특히 물질의 큰 부피 밀도(예를 들어, 0.5g/㎤ 초과, 특히 0.8 내지 1.2g/㎤)에 의해 최소한의 수송 체적 및 저장 체적을 수득할 수 있는 이점을 갖는다. 특히 큰 부피 밀도, 예를 들어 0.5g/㎤보다 현저히 크고, 특히 0.55g/㎤보다 현저히 크며, 예를 들어 1.2g/㎤이하인 부피 밀도, 주로 0.7 내지 1.2g/㎤, 바람직하게는 0.8 내지 1g/㎤ 범위의 큰 부피 밀도를 갖는 과립형 압분체(G)를 제조할 수 있다. 특히 예를 들어, 0.7g/㎤보다 크고, 유리하게는 0.8g/㎤보다 큰 부피 밀도를 갖는 과립형 물질(G)을 적절하게 제조할 수 있다.

본 발명의 물질(G)은 장기간의 저장, 반복된 운반 및/또는 수송(진동하는 저장 상태) 후에도, 적은 더스트 함량을 갖고 자유-유동성을 갖는다는 점에서 주목할만 하고, 또한 우수하게 개선된 물질의 계량성을 갖는다.

본 발명의 과립형 압분체(G)는 이들을 물에 붓고 교반시킴으로써 직접 용해시킬 수 있는데, 이들의 용해 속도는 서서히 교반시킬 때 상응하는 분말보다 더 양호하게 단기간내에 물에 용해될 수 있는 속도이다. 이들은 또한 습윤되기가 쉽고, 분산될 때 실제로 덩어리를 형성하지 않으므로, 더 양호하게 계량될 수 있다. 본 발명의 바람직한 작은 입자 크기의 과립형 물

질, 특히 0.3 내지 1㎜, 특히 0.4 내지 1.2㎜의 전체 범위에 걸친 입자 크기를 갖는 과립형 물질은, 이들을 수용액에 부을 때, 개개의 과립물이 직접적으로, 또는 물의 표면상에 매우 단기간 동안 부유한 후에 수용액에 가라앉으면서 용해되고, 서서히 교반시킴에 따라 염료 또는 증백제의 최적 균질 용액이 매우 빠르게 수득되도록 하는, 최적의 부피 밀도와 용해 속도의 조합을 나타낸다. 이러한 방식으로, 저장 용액 및 강화욕을 제조하는데 있어서 최소의 노력으로 최대의 효과를 거둘 수 있으며, 또한 농축된 함침욕 및 잉크, 및 날염용 페이스트 또는 염욕 또는 증백욕을 직접적으로 제조할 수 있다. 시이트로 성형한 후에 종이를 염색하거나 형광 증백시키기 위해, 적절한 빠른 용해 속도를 갖는 염료 또는 형광 증백제를 마찬가지로 염욕 또는 증백욕에 직접적으로 첨가할 수 있다.

본 발명의 과립화는, 활성 성분 (A)의 염색 특성을 실제적으로 손상시키지 않으면서 실질적으로 더스트가 없는 절차로 작업할 수 있게 하여, 특히 기기 및 주위 환경의 청결을 지속적으로 유지시킬 수 있으며, 염색자가 비교적 작은 부피의 건조 염료를 사용하여 실제적으로 염료 더스트가 없는 환경하에서 작업할 수 있게 한다.

하기 실시예에서 부 및 백분율은 중량을 기준으로 하고, 온도는 섭씨로 표시된다. 압분화/과립화 기계는 알렉산더베르크 아게(독일 렘샤이트 소재)로부터 구입한 것이다. "씨. 아이.(C.I.)"는 "칼라 인덱스"를 나타내고, "kN/㎝RL"은 "롤 길이 1㎝ 당 킬로뉴톤수"를 나타내며, "rpm"은 "1분당 회전수"를 나타낸다. 더스트방지 오일 (E31)은 대략 동일한 부의 파라핀유 및 도데실벤젠의 블렌드 93.8부, 지방산 폴리글리콜 에스테르 5.9부, 올레산 0.26부 및 디에틸아미노에탄올 0.04부의 혼합물이다. 소포제 (D11)은 325 내지 450℃의 비등점을 갖는 광유 분획물 72부내 2.4부의 스테아르산 에틸렌디아미드와 54 내지 56℃의 융점을 갖는 1.2부의 파라핀의 분산액과, 21부의 정제된 지방산 폴리글리콜 에스테르 및 2부의 헥실렌 글리콜의 혼합물이다.

실시예

실시예 1

청색 산 염료 씨. 아이. 액시드 블루(Acid Blue) 129(구성 번호 62058)의 합성물로부터, 염화나트륨을 사용한 염석 및 여과에 의해 수득한 100부의 여과박(50%의 나트륨 염으로서의 순수한 염료, 30%의 물, 20%의 염화나트륨 및 부산물을 함유함)을 10몰의 에틸렌 옥사이드와 1몰의 옥틸페놀의 부가물의 35% 용액 6부와 함께 세게 교반시킨 후, 생성된 혼합물을 건조하고 미세하게 분쇄하였다. 생성된 분말을 WP 50/75 유형의 압분화/과립화 기계(롤 길이 75㎜, 롤 직경 152㎜)에서 16.0kN/㎝RL의 롤 압력 및 8rpm의 회전 속도로 압분화시켜 2.0㎜ 두께의 슬러그를 수득하였고, 이 슬러그를 과립화시켜 작은 미립자의 과립물(0.3 내지 1㎜의 입자 크기)을 수득하였다. 롤의 처리량은 31kg/h이고, 규정 크기 생성물의 산출량은 23kg/h이며, 크기 미달 생성물의 비율은 25.8%이었다. 크기 미달 생성물은 압분화 공정으로 복귀시켰다. 수득된 규정 크기의 생성물에 0.8부의 더스트방지 오일 (E31)을 분무하고 혼합하였다. 생성된 압분화된 과립형 염료(염료 압분체)는 물에 즉시 용해되고, 적은 더스트 함량, 저장과 수송시의 안정성 및 용해 속도 측면에서 우수하였다.

실시예 2

실시예 1에서 기술한 바와 유사하게, 씨. 아이. 디렉트 브라운(Direct Brown) 240, 씨. 아이. 디렉트 레드(Red) 83:1, 씨. 아이. 디렉트 블루 90 및 씨. 아이. 디렉트 옐로우(Yellow) 162의 9:5:14:2 중량비의 직접염료 혼합물 100부, 우레아 2부, 리그닌 설포네이트 5.5부, 황산화된 올레산 에스테르 0.4부 및 황산나트륨 10 내지 15부의 혼합물을 WP 50/75 유형의 압분화기/과립기에서 16kN/㎝RL의 롤 압력 및 8rpm의 회전 속도로 압분화시키고 과립화시킨 후, 생성된 과립물에 (E31)을 분무하고 혼합하여 4㎜ 두께의 슬러그, 120kg/h의 롤 처리량, 70kg/h의 규정 크기 생성물의 산출량, 및 41.7%의 크기 미달 생성물의 비율을 수득하였다. 생성된 과립형 생성물(염료 압분체)은 물에 즉시 균질하게 용해되고, 적은 더스트 함량, 용해 속도 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 우수하고, 흑색 직접염료로서 사용할 수 있다. 상기 압분체의 부피 밀도는 상응하는 분말의 약 2배이며, 상기 압분체는 유동성을 갖는다.

실시예 3

실시예 1 또는 2에서 기술한 바와 유사하게, 씨. 아이. 액시드 블루 278, 씨. 아이. 액시드 블루 225, 씨. 아이. 액시드 바이올렛(Violet) 47 및 씨. 아이. 액시드 바이올렛 48의 4.5:3.6:3:1 중량비의 산 염료 혼합물 100부, 우레아 0.2부, 황산화된 올레산 에스테르 1.5부 및 덱스트린 20부의 혼합물을 WP 50/75 유형의 압분화기/과립기에서 14.4kN/㎝RL의 롤 압력 및 8rpm의 회전 속도로 압분화/과립화시킨 후, 생성물에 (E31)을 분무하고 혼합하여 2㎜ 두께의 슬러그, 35kg/h의 롤 처리량, 25kg/h의 규정 크기 생성물의 산출량, 및 27.8%의 크기 미달 생성물의 비율을 수득하였다. WP 250/150 단위에서, 롤 압력은 24kN/㎝RL이고, 회전 속도는 14rpm이며, 슬러그 두께는 2.4㎜이고, 롤의 처리량은 242kg/h이고, 규정 크기 생성

물의 산출량은 175kg/h이고, 크기 미달 생성물의 비율은 27.8%이었다. 생성된 과립형 생성물(염료 압분체)은 물에 즉시 용해되고, 적은 더스트 함량, 용해 속도 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 우수하고, 청색 산 염료로서 사용할 수 있다. 상기 압분체의 부피 밀도는 상응하는 분말의 2배이며, 상기 압분체는 유동성을 갖는다.

실시예 4

WP 50/75 단위에서 롤 압력이 16kN/㎝RL인 것을 제외하고는 실시예 3과 동일한 절차를 수행하여, 4.8㎜의 슬러그 두께, 64kg/h의 롤 처리량, 44kg/h의 규정 크기 생성물의 산출량, 및 31.9%의 크기 미달 생성물의 비율을 수득하였고, WP 250/150 단위에서 롤 압력이 26.7kN/㎝RL인 것을 제외하고는 실시예 3과 동일하게 수행하여 5.8㎜의 슬러그 두께, 441kg/h의 롤 처리량, 301kg/h의 규정 크기 생성물의 산출량, 및 31.9%의 크기 미달 생성물의 비율을 수득하였다. 역시, 용해 속도, 적은 더스트 함량 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 뛰어난, 즉시 가용성인 과립형 생성물(염료 압분체)을 수득하였다.

실시예 5

실시예 4에서 기술한 바와 유사하게, 흑색 반응성 염료 씨. 아이. 리엑티브 블랙(Reactive Black) 8을 16kN/㎝RL의 롤 압력 및 8rpm의 회전 속도로 WP 50/75 단위에서 압분화시키고 과립화시킨 후, 생성물에 (E31)을 분무하고 혼합하여 4㎜의 슬러그 두께, 100kg/h의 롤 처리량, 63kg/h의 규정 크기 생성물의 산출량, 및 37%의 크기 미달 생성물의 비율을 수득하였다. WP 250/150 단위에서 26.7kN/㎝RL의 롤 압력 및 14rpm의 회전 속도로 유사한 방식으로 수행하여, 4.8㎜의 슬러그 두께, 691kg/h의 롤 처리량, 435kg/h의 규정 크기 생성물의 산출량, 및 37%의 크기 미달 생성물의 비율을 수득하였다. 수득된 압분화되고 과립화된 흑색 반응성 염료(염료 압분체)는 용이한 가용성, 용해 속도, 적은 더스트 함량, 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 우수하였다. 상기 압분체의 부피 밀도는 상응하는 분말의 약 2배이며, 상기 압분체는 유동성을 갖는다.

실시예 6

실시예 1 내지 5에서 기술한 바와 유사하게, 씨. 아이. 디렉트 83:1, 씨. 아이. 디렉트 블루 251 및 씨. 아이. 디렉트 옐로우 162의 6.6:1.7:1.2 중량비의 직접염료 혼합물, 우레아 2부 및 황산화된 올레산 에스테르 0.3부의 혼합물을 총 혼합물에서 Na_2SO_4-함량이 20%이고 $NaHCO_3$-함량이 20%이도록 하는 양의 황산나트륨 및 중탄산나트륨과 혼합하였다. 이 혼합물을 WP 50/75 단위에서 12kN/㎝RL의 롤 압력 및 8rpm의 회전 속도로 압분화시키고 과립화시킨 후, 생성물에 (E31)을 분무하고 혼합하여 4㎜ 두께의 슬러그, 115kg/h의 롤 처리량, 68kg/h의 규정 크기 생성물의 산출량, 및 41.37%의 크기 미달 생성물의 비율을 수득하였다. WP 250/150 단위에서 20kN/㎝RL의 롤 압력 및 14rpm의 회전 속도로 유사한 절차를 수행하여, 4.8㎜ 두께의 슬러그, 794kg/h의 롤 처리량, 466kg/h의 규정 크기 생성물의 산출량, 및 41.3%의 크기 미달 생성물의 비율을 수득하였다. 생성된 흑색 직접염료의 압분화된 과립형 생성물(염료 압분체)은 물에 즉시 용해되고, 적은 더스트 함량, 용해 속도 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 우수하고, 흑색 직접염료로서 사용할 수 있다. 상기 압분체의 부피 밀도는 상응하는 분말의 약 2배이며, 상기 압분체는 유동성을 갖는다.

실시예 7

적색 반응성 염료 씨. 아이. 리엑티브 레드 190의 합성물로부터, 염화나트륨을 사용한 염석, 여과 및 압착에 의해 수득한 92부의 여과박(67%의 나트륨 염으로서의 순수한 염료, 25%의 물, 8%의 염화나트륨 및 부산물을 함유함)을 교반시키고, 70부의 물, 10부의 정제된 고분자량 나트륨 리그닌설포네이트, 8부의 황산나트륨 및 5부의 우레아를 첨가한 후, 이 혼합물을 함께 균질해질 때까지 교반시켰다. 분무 건조하여 약 7%의 수분을 함유하는 분말을 수득하였다. 이 분말을 WP 50/75 유형의 압분화/과립화 기계(롤 길이 75㎜, 롤 직경 152㎜)에서 11kN/㎝RL의 롤 압력 및 8rpm의 회전 속도로 압분화시켜 3.0㎜ 두께의 슬러그를 수득하고, 이 슬러그를 과립화시켜 작은 미립자의 과립물(0.3 내지 1㎜의 입자 크기)을 수득하였다. 규정 크기 생성물의 산출량은 약 35kg/h이고, 크기 미달 생성물의 비율은 총량의 약 34%로서 재압분화 공정으로 복귀시켰다(스크리닝 및 체질에 의해 분리). 그다음 1부의 더스트방지 오일 (E31)을 99부의 생성된 규정 크기의 생성물상에 분무하고 혼합하였다. 생성된 과립형 염료(염료 압분체)는 매우 적은 더스트 함량, 및 양호한 용해 특성을 나타내었다. 이들 특성은 장기간의 저장, 예를 들어 실온에서 6개월간 또는 40℃에서 5주간 저장한 후에도, 그리고 수송 후에도 변하지 않았다. 본 발명의 과립형 염료는 그의 우수한 자유-유동 특성으로 인해, 자동화 단위를 사용하여 쉽게 계량할 수 있다. 상기 과립 형태의 염료는 분말 형태와 동일한 염색을 제공하였다.

WP 50/75 유형의 압분화/과립화 기계에서와 유사하게, 전술한 분말을 또한 WP 250/150 유형의 압분화/과립화 기계(롤 길이 150㎜, 롤 직경 250㎜)에서 18kN/㎝RL의 롤 압력 및 14rpm의 회전 속도로 압분화시키고 과립화시켜 3.7㎜ 두께의 슬러그를 수득하였다. 처리량은 규정 크기 생성물의 산출량에 상응하는 240kg/h이고, 크기 미달 생성물의 비율은 총량의 약 34%이었다. 이어서 상기 과립물을 전술한 바와 같이 처리하였다. 생성된 과립형 염료(염료 압분체)는 매우 적은 더스트 함량, 및 양호한 용해 특성을 나타내었다. 이들 특성은 장기간의 저장, 예를 들어 실온에서 6개월간 또는 40℃에서 5주간 저장한 후에도, 그리고 수송 후에도 변하지 않았다. 본 발명의 과립형 염료는 그의 우수한 자유-유동 특성으로 인해, 자동화 단위를 사용하여 쉽게 계량할 수 있다. 본 발명의 과립형 염료는 분말 형태와 동일한 염색을 제공하였다.

실시예 8

적색 반응성 염료 씨. 아이. 리엑티브 레드 243의 합성물로부터, 염화나트륨을 사용한 염석, 여과 및 압착에 의해 수득한 120부의 여과박(37%의 나트륨 염으로서의 순수한 염료, 53%의 물, 10%의 염화나트륨 및 부산물을 함유함)을 교반시키고, 50부의 물, 17부의 황산나트륨(글라우버의 염) 및 17부의 나프탈렌설폰산/포름알데하이드 축합 생성물을 첨가한 후, 이 혼합물을 함께 균질해질 때까지 교반시켰다. 이 현탁액을 분무 건조하여 생성된, 약 6%의 수분을 함유하는 분말을 실시예 1에서 기술한 바와 같이 WP 50/75의 롤 압분화기에서 압분화시키고 과립화시켜 4.8㎜ 두께의 슬러그를 수득하였고, 규정 크기 생성물의 산출량은 약 44kg/h이었으며, 크기 미달 생성물의 비율은 총량의 약 32%로 재압분화 공정으로 복귀시켰다(스크리닝 및 체질에 의해 분리). 규정 크기 생성물에 2%의 더스트방지 오일 (E31)을 분무하고 혼합하였다. 이와같이 수득된 압분화된 과립형 염료(염료 압분체)는 매우 적은 더스트 함량, 및 양호한 용해 특성을 나타내었다. 이들 특성은 장기간의 저장, 예를 들어 실온에서 6개월간 또는 40℃에서 5주간 저장한 후에도, 그리고 수송 후에도 변하지 않았다. 본 발명의 과립형 염료는 그의 우수한 자유-유동 특성으로 인해, 자동화 단위를 사용하여 쉽게 계량할 수 있다. 전술한 과립형태의 염료는 분말 형태와 동일한 염색을 제공하였다.

실시예 9

현탁액을 건조하기 전에 추가의 0.5부의 소포제 (D11)을 첨가한 것을 제외하고는 실시예 8과 같은 절차를 수행하였다. 생성된 압분화된 과립형 염료(염료 압분체)는 매우 적은 더스트 함량, 및 양호한 용해 특성을 나타내었다. 이들 특성은 장기간의 저장, 예를 들어 실온에서 6개월간 또는 40℃에서 5주간 저장한 후에도, 그리고 수송 후에도 변하지 않았다. 본 발명의 과립형 염료는 그의 우수한 자유-유동 특성으로 인해, 자동화 단위를 사용하여 쉽게 계량할 수 있으며, 상기 과립형 염료를 수용액에 사용할 때, 분해성 발포체가 형성되지 않았다. 상기 과립형 염료는 분말 형태와 동일한 염색을 제공하였다.

실시예 10

적색 반응성 염료 씨. 아이. 리엑티브 레드 243의 합성물로부터, 염화나트륨을 사용한 염석, 여과 및 압착에 의해 수득한 여과박(37%의 나트륨 염으로서의 순수한 염료, 53%의 물, 10%의 염화나트륨 및 부산물을 함유함)을 건조하고, 분쇄하였다. 17부의 황산나트륨(글라우버의 염) 및 17부의 나프탈렌설폰산/포름알데하이드 축합 생성물을 57부의 상기 분말에 첨가하고(예를 들어, 노타(Nauta) 혼합기에서), 상기 성분들을 균질하게 혼합하였다. 0.5%의 소포제 (D11)을 상기 혼합물상에 분무하고 혼합하였다.

그다음 실시예 8 및 9의 분말에서와 동일한 방식으로, 상기 혼합물을 압분화시키고 과립화시킨 후, 추가의 첨가제로 처리하였다. 생성된 압분화된 과립형 염료(염료 압분체)는 매우 적은 더스트 함량, 및 양호한 용해 특성을 나타내었다. 이들 특성은 장기간의 저장, 예를 들어 실온에서 6개월간 또는 40℃에서 5주간 저장한 후에도, 그리고 수송 후에도 변하지 않았다. 본 발명의 과립형 염료는 그의 우수한 자유-유동 특성으로 인해, 자동화 단위를 사용하여 쉽게 계량할 수 있으며, 상기 과립형 염료를 수용액에 사용할 때, 분해성 발포체가 형성되지 않는다. 상기 과립형 염료는 분말 형태와 동일한 염색을 제공하였다.

실시예 11

녹색 산 염료 씨. 아이. 액시드 그린(Green) 40의 합성물로부터 여과하고 8% 농도의 NaCl 용액으로 세척하여 수득한 100부의 여과박(51%의 나트륨 염으로서의 순수한 염료, 45%의 물, 4%의 염화나트륨 및 부산물을 함유함)을 170부의 물 및 10부의 황산나트륨(글라우버의 염)과 함께 교반시킨 후, 9몰의 에틸렌 옥사이드와 1몰의 노닐페놀의 부가물의 35% 농도 용액 3.6부와 혼합하였다. 염료 응집체를 습식 밀링(milling)에 의해(예를 들어, 프리마(Fryma) 밀을 사용하여) 분해하였다. 상기 현탁액을 분무 건조하여 약 6%의 수분을 함유하는 분말을 수득하였다. 상기 분말을 WP 50/75 유형의 압분화/과립화 기계(롤 길이 75㎜, 롤 직경 152㎜)에서 16.0kN/㎝RL의 롤 압력 및 8rpm의 회전 속도로 압분화시켜 2.0㎜ 두께의

슬러그를 수득하였고, 이 슬러그를 과립화시켜 작은 미립자의 과립물(0.3 내지 1㎜의 입자 크기)을 수득하였다. 규정 크기 생성물의 산출량은 약 23kg/h이고, 크기 미달 생성물의 비율은 총량의 약 26%로서 재압분화 공정으로 복귀시켰다(스크리닝 및 체질에 의해 분리). 그다음 1.5%의 더스트방지 오일 (E31)을 생성된 규정 크기의 생성물상에 분무하고 혼합하였다. 생성된 과립형 염료(염료 압분체)는 매우 적은 더스트 함량, 및 양호한 용해 특성을 나타내었다. 이들 특성은 장기간의 저장, 예를 들어 실온에서 6개월간 또는 40℃에서 5주간 저장한 후에도, 그리고 수송 후에도 변하지 않았다. 본 발명의 과립형 염료는 그의 우수한 자유-유동 특성으로 인해, 자동화 단위를 사용하여 쉽게 계량할 수 있다. 상기 과립형의 염료는 분말 형태와 동일한 염색을 제공하였다.

하기 실시예 12 내지 22에서, 압분화/과립화 공정은 150㎜의 롤 길이 및 250㎜의 롤 직경을 갖는 WP 250/150V 유형의 압분화/과립화 기계상에서 수행하였다. 압분화된 염료의 슬러그 두께는 각 경우에 2.5 내지 3.3㎜이다.

실시예 12

전색제로서 황산나트륨 20%, 및 음이온성 계면활성제로서 80 내지 120%의 설폰화도를 갖는 나프탈렌설폰산/포름알데하이드 축합 생성물의 나트륨 염 26%를 함유하는, 분말 형태의 씨. 아이. 리엑티브 블루 214에 따른 염료를 21.7kN/㎝RL의 롤 압력 및 15rpm의 회전 속도에서 압분화시키고, 과립화시켜 0.4 내지 1.0㎜의 작은 입자 크기를 갖는 과립화된 생성물을 수득하였다. 규정 크기 생성물의 수득량은 200kg/h이었다. 과립화된 생성물에 2.5%의 더스트방지 오일 (E31)을 분무하고 혼합하였다. 수득된 압분화된, 과립형 청색 반응성 염료(염료 압분체)는 양호한 가용성, 용해 속도, 적은 더스트 함량, 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 우수하였다. 상기 압분체의 부피 밀도는 상응하는 분말의 약 2배이고, 상기 압분체는 유동성을 가지며, 고온 염색용 염료물질로서 적합하다.

실시예 13

전색제로서 황산나트륨 20%, 및 80 내지 120%의 설폰화도를 갖는 나프탈렌설폰산/포름알데하이드 축합 생성물의 나트륨 염 34%를 함유하는 씨. 아이. 리엑티브 블루 79에 따른 분말형 반응성 염료를 20kN/㎝RL의 롤 압력 및 14rpm의 회전 속도에서 압분화시키고, 과립화시켜 0.4 내지 1.0㎜의 작은 입자 크기를 갖는 과립형 생성물을 수득하였다. 규정 크기 생성물의 수득량은 240kg/h이었다. 과립화된 생성물에 2%의 더스트방지 오일 (E31)을 분무하고 혼합하였다. 수득된 압분화된, 과립형 청색 반응성 염료는 양호한 가용성, 용해 속도, 적은 더스트 함량, 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 우수하였다. 상기 과립형 염료의 부피 밀도는 상응하는 분말의 약 2배이며, 상기 염료는 유동성을 갖는다.

실시예 14

80 내지 120%의 설폰화도를 갖는 나프탈렌설폰산/포름알데하이드 축합 생성물의 나트륨 염 20%를 함유하는 씨. 아이. 리엑티브 오렌지(Orange) 13에 따른 분말형 염료를 13.3kN/㎝RL의 롤 압력 및 16rpm의 회전 속도에서 압분화시키고, 과립화시켜 0.4 내지 1.0㎜의 과립형 생성물을 수득하였다. 규정 크기 생성물의 수득량은 약 200kg/h이었다. 과립형 생성물에 2%의 더스트방지 오일 (E31)을 분무하고 혼합하였다. 수득된 압분화되고 과립화된 주황색 반응성 염료(염료 압분체)는 양호한 가용성, 용해 속도, 적은 더스트 함량, 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 우수하였다. 상기 압분체의 부피 밀도는 상응하는 분말의 약 2배이며, 상기 압분체는 유동성을 갖는다. 날염용 페이스트의 제조에서, 상기 압분체는 기존의 분말과 동일하게 분산되며, 유동성이 우수하므로 자동화 계량 시스템에서 훌륭하게 계량될 수 있다.

실시예 15

전색제로서 황산나트륨 20%, 및 80 내지 120%의 설폰화도를 갖는 나프탈렌설폰산/포름알데하이드 축합 생성물의 나트륨 염 20%를 함유하는 씨. 아이. 리엑티브 오렌지 12에 따른 분말형 염료를 20kN/㎝RL의 롤 압력 및 16rpm의 회전 속도에서 압분화시키고, 과립화시켜 0.4 내지 1.0㎜의 과립형 생성물을 수득하였다. 규정 크기 생성물의 수득량은 220kg/h이었다. 과립형 생성물에 1.7%의 더스트방지 오일 (E31)을 분무하고 혼합하였다. 수득된 압분화되고 과립화된 주황색 반응성 염료(염료 압분체)는 양호한 가용성, 용해 속도, 적은 더스트 함량, 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 우수하였다. 상기 압분체의 부피 밀도는 상응하는 분말의 약 2배이며, 상기 압분체는 유동성을 갖는다.

실시예 16

전색제로서 황산나트륨 20%, 및 80 내지 120%의 설폰화도를 갖는 나프탈렌설폰산/포름알데하이드 축합 생성물의 나트륨 염 5 내지 15%를 함유하는 씨. 아이. 리엑티브 블랙 5에 따른 분말형 염료를 18.3kN/㎝RL의 롤 압력 및 15rpm의 회전 속도에서 압분화시키고, 과립화시켜 0.4 내지 1.0㎜의 작은 입자 크기를 갖는 과립형 생성물을 수득하였다. 규정 크기 생

성물의 수득량은 260kg/h이었다. 과립형 생성물에 2%의 더스트방지 오일 (E31)을 분무하고 혼합하였다. 수득된 압분화되고 과립화된 흑색 반응성 염료(염료 압분체)는 양호한 가용성, 용해 속도, 적은 더스트 함량, 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 우수하였다. 상기 압분체의 부피 밀도는 상응하는 분말의 약 2배이며, 상기 압분체는 유동성을 갖는다.

실시예 17

부가물로서 단지 11%의 Na_2SO_4 및 1.8%의 Na_2CO_3을 함유하는 씨. 아이. 디렉트 레드 83:1에 따른 분말형 염료를 16.7kN/㎝RL의 롤 압력 및 16rpm의 회전 속도에서 압분화시킨 후, 과립화시켜 0.4 내지 1.0㎜의 과립물을 수득하였다. 규정 크기 생성물의 수득량은 220kg/h이었다. 과립형 생성물에 2.5%의 더스트방지 오일 (E31)을 분무하고 혼합하였다. 수득된 압분화되고 과립화된 적색 직접염료(염료 압분체)는 양호한 가용성, 용해 속도, 적은 더스트 함량, 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 우수하였다. 상기 압분체의 부피 밀도는 상응하는 분말의 약 2배이며, 상기 압분체는 유동성을 갖는다.

실시예 18

1 내지 5%의 헥실렌 글리콜을 함유하는 씨. 아이. 액시드 옐로우 59에 따른 분말형 염료를 13.3kN/㎝RL의 롤 압력 및 20rpm의 회전 속도에서 압분화시킨 후, 과립화시켜 0.4 내지 1.0㎜의 과립물을 수득하였다. 규정 크기 생성물의 수득량은 200kg/h이었다. 과립형 생성물에 2.5%의 더스트방지 오일 (E31)을 분무하고 혼합하였다. 수득된 압분화되고 과립화된 황색 산 염료(염료 압분체)는 양호한 가용성, 용해 속도, 적은 더스트 함량, 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 우수하였다. 상기 압분체의 부피 밀도는 상응하는 분말의 약 2배이며, 상기 압분체는 유동성을 갖는다.

실시예 19

씨. 아이. 액시드 블루 230, 씨. 아이. 액시드 블루 80 및 씨. 아이. 액시드 그린 25의 중량비 2:2:3의 혼합물은 청색 산 염료로서 상업적으로 시판중이다. 폴리비닐피롤리돈 K-30 2.5%, 및 계면활성제로서 리그닌 설포네이트 22% 및 나프탈렌 설폰산/포름알데하이드 축합 생성물의 나트륨 염 16%를 함유하는 상기 혼합물을 건조된, 합성적으로 제조된 염료 압착 케이크로부터 재생시킨 다음, 15kN/㎝RL의 롤 압력 및 15rpm의 회전 속도에서 압분화시킨 후, 과립화시켜 0.4 내지 1.0㎜ 직경의 과립물을 수득하였다. 규정 크기 생성물의 수득량은 210kg/h이었다. 과립화된 생성물에 2.5%의 더스트방지 오일 (E31)을 분무하고 혼합하였다. 수득된 압분화되고 과립화된 산 염료 혼합물(염료 압분체)은 양호한 가용성, 용해 속도, 적은 더스트 함량, 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 우수하였다. 상기 압분체는 청색 산 염료로서 적합하다. 상기 압분체의 부피 밀도는 상응하는 분말의 약 2배이며, 상기 압분체는 유동성을 갖는다.

실시예 20

실시예 19에서와 유사하게, 5%의 폴리비닐피롤리돈 K-30 및 20%의 Na_2SO_4를 함유하는, 씨. 아이. 액시드 레드 119, 씨. 아이. 액시드 레드 415 및 씨. 아이. 액시드 레드 260의 1:7:6 비의 염료 혼합물을 21.7kN/㎝RL의 롤 압력 및 15rpm의 회전 속도에서 압분화시킨 후, 과립화시켜 0.4 내지 1.0㎜ 직경의 과립물을 수득하였다. 규정 크기 생성물의 수득량은 250kg/h이었다. 수득된 압분화되고 과립화된 적색 산 염료 혼합물(염료 압분체)은 양호한 가용성, 용해 속도, 적은 더스트 함량, 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 우수하였다. 상기 압분체는 적색 산 염료로서 적합하고, 그의 부피 밀도는 상응하는 분말의 약 2배이며, 상기 압분체는 유동성을 갖는다.

실시예 21

계면활성제로서 나프탈렌설폰산/포름알데하이드 축합 생성물의 나트륨 염 약 5%, 및 전색제로서 Na_2SO_4 20%를 함유하는, 씨. 아이. 리엑티드 레드 239 및 씨. 아이. 리엑티브 레드 147의 4:1 비의 염료 혼합물을 16.7kN/㎝RL의 롤 압력 및 18rpm의 회전 속도에서 압분화시킨 후, 과립화시켜 0.4 내지 1.0㎜ 직경의 과립물을 수득하였다. 규정 크기 생성물의 수득량은 200kg/h이었다. 과립화된 생성물에 1.8%의 더스트방지 오일 (E31)을 분무하고 혼합하였다. 수득된 압분화되고 과립화된 적색 반응성 염료 혼합물(염료 압분체)은 양호한 가용성, 용해 속도, 적은 더스트 함량, 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 우수하였다. 상기 압분체는 적색 반응성 염료로서 적합하고, 그의 부피 밀도는 상응하는 분말의 약 2배이며, 상기 압분체는 유동성을 갖는다.

실시예 22

씨. 아이. 디렉트 블루 273의 합성물로부터 수득된 압착 케이크를 말토덱스트린 및 황산나트륨과 혼합하고 건조하였다 (Na_2SO_4 함량=13%, 말토덱스트린 함량=13%). 상기 염료를 16.7kN/㎝RL의 롤 압력 및 14rpm의 회전 속도로 압분화시킨 후, 과립화시켜 0.4 내지 1㎜ 직경의 과립물을 수득하였다. 규정 크기 생성물의 수득량은 230kg/h이었다. 과립화된 생성물에 1.8%의 더스트방지 오일 (E31)을 분무하고 혼합하였다. 수득된 압분화되고 과립화된 청색 직접염료(염료 압분체)는 양호한 가용성, 용해 속도, 적은 더스트 함량, 및 저장과 수송시의 안정성 측면에서 우수하였다. 상기 압분체는 특히 종이 염색에서 직접염료로서 적합하고, 그의 부피 밀도는 상응하는 분말의 약 2배이며, 상기 압분체는 유동성을 갖는다.

상기 염료 압분체는 반응성 염료 분말에 대해 공지된 방법과 유사하게 염색에 사용할 수 있고, 또한 염료를 용해시키는 단계를 생략할 수 있다. 반응성 염료-함유 날염용 페이스트는, 예를 들어 하기 제조 방법에 따라 제조될 수 있다:

날염용 배합물: 600g/kg의 알지네이트 증점제, 100g/kg의 우레아, 10g/kg의 나트륨 m-니트로벤젠설포네이트, 25g/kg의 중탄산나트륨, 235g/kg의 물 및 30g/kg의 염료 압분체.

500kg의 잉크 페이스트를 제조하기 위한 작업 절차는 다음과 같다:

50kg의 우레아, 5kg의 나트륨 m-니트로벤젠설포네이트, 12.5kg의 중탄산나트륨 및 67.5kg의 물을 300kg의 미리 팽윤시킨 알지네이트 증점제에 첨가한다. 그다음 이 혼합물을 교반기에서 5분간 균질화시켜 화학 물질을 용해시킨다. 화학 물질이 용해되자마자, 염료 압분체를 교반기를 작동시키면서 서서히 첨가하여(분산시켜) 상기 페이스트에서 5분내에 용해시킨다. 최종적으로, 남아있는 물(50ℓ)을 첨가한다. 이어서 10분간 교반시켜, 잉크 페이스트를 즉시 사용할 수 있는 상태(즉시 날염할 수 있는 상태)로 수득한다.

본 발명의 염료 압분체는 더스트를 형성할 우려 없이 분산될 수 있으므로, 염료를 고온에서 미리 용해시키고, 60℃ 이상으로 다시 냉각시킨 후, 첨가하여야 하는 수고스러운 작업이 필요하지 않다. 또한, 특히 작은 규모의 회분식 작업에서, 용해 용기에 남아있는 잉크의 양에 기인한 재현성의 문제가 발생할 수도 있다.

적용예 A

새티넷(satinet)(표백되고 가성화된)을, 염료 압분체가 실시예 7에 따른 씨. 아이. 리엑티브 레드 190을 함유하고, 상기 지시에 따라 제조된 날염용 페이스트로 통상적인 방식으로 날염하고, 건조하고 고정시킨다.

경우에 따라, 염료 압분체가 실시예 5에 따른 씨. 아이. 리엑티브 블랙 8을 함유하고, 상기 지시에 따라 제조된 날염용 페이스트로 국소적으로 겹쳐 날염할 수 있다.

적용예 B

크랜츠(Krantz) 기기상에서 씨. 아이. 리엑티브 레드 243에 의한 500kg의 머서화(mercerization) 면사(치즈(cheese))의 염색

크랜츠 기계에 머서화 면사 캐리어(carrier)를 장착시키고 잠근 후, 물 및 0.5g/ℓ의 탈기/습윤제를 도입시키고, 순환 펌프를 가동시킨다. 상기 욕을 50℃로 가열시킨다. 제조 용기에서, 200ℓ의 물을 90℃로 가열시키고, 실시예 10에 따른 염료 압분체 10kg을 교반시키면서 서서히 분산시킨다. 5분간 교반시킨 후에, 교반기를 멈추고 염료 용액을 염욕에 10분에 걸쳐 첨가하면서 1분당 2℃의 가열 속도로 95℃로 가열시킨다. 염색 온도가 95℃에 도달할 때, 30분간 이염(移染)시킨 후, 미리 용해시킨 고정용 알칼리(탄산나트륨)를 30분에 걸쳐 첨가하면서(바람직하게는 계량 펌프에 의해), 60분간 계속 염색한 후, 통상적인 방식으로 염색 작업을 마무리한다.

여기에서도 역시, 용해 특성 및 적은 더스트 함량에 의해 상기 기계에서 쉽게 용해될 수 있으므로, 별도의 용기에 염료를 미리 용해시켜야 하는 수고스런 작업이 생략될 수 있다.

적용예 C

실시예 11에 따른 씨. 아이. 액시드 그린 40 염료 압분체에 의한 200kg의 나일론/라이크라 수영 트리코트의 빔(beam) 염색

염색 기기는 컴퓨터의 제어하에 첨가제가 자동적으로 소환되는 개별 용해조를 갖는다.

기계에 나일론/라이크라 수영 트리코트가 적재된 빔을 도입하고, 물 및 0.5g/ℓ의 탈기/습윤제로 채우고 가동(순환 펌프 가동)시키는 동안, 용해조에서 염료 및 염색 화학 물질을 제조한다. 3kg의 염료를 교반하에 100ℓ의 비등수에 분산시킨다. 별도의 용기를 사용하여 균염제, 및 pH를 조정하기 위해 필요한 산을 제조한다. 빔(직물)을 10분간 미리 습윤/탈기시킨 후에, 염색 프로그램을 가동시키면, 프로그램의 제어하에 온도 및 화학 물질의 첨가 및 염색이 자동적으로 수행된다. 프로그램이 종결된 후에, 빔을 회수한다.

산 염료의 대부분은 비등에 의해 용해되어야 하지만, 여기에서도 역시 용해조에서의 간단한 사용을 위해 중요한 인자는 염료의 제조된 형태 및 적은 더스트 함량이다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

(A) 1종 이상의 수용성 염료 또는 형광 증백제 및

(B) 전색제, 및 선택적으로

(C) 1종 이상의 친수성 계면활성제 및/또는

(D) 추가의 첨가제, 및 추가적으로

(E) 더스트-결합성 오일

의 혼합물로 이루어진, (A) 및 (B), 및 선택적으로 (C) 및/또는 (D)의 과립화된 압분체를 (E)로 처리함으로써 수득될 수 있는 과립형 압분체(G).

청구항 2.

제 1 항에 있어서,

0.1 내지 3㎜ 범위의 입자 크기를 갖는 (C)-함유 과립형 압분체(G).

청구항 3.

제 1 항에 있어서,

(E)가 (C)-함유 탄화수소 오일 또는 탄화수소 오일의 혼합물임을 특징으로 하는 과립형 압분체(G).

청구항 4.

(A), (B), 및 경우에 따라 (C) 및 (D)로 구성된 분말 또는 압분화되지 않은 과립물을 압분화시키고, 과립화시킨 후, (E)와 혼합함을 특징으로 하는, 제 1 항 내지 제 3 항중 어느 한 항에 따른 과립형 압분체(G)의 제조 방법.

청구항 5.

제 4 항에 따른 방법에 의해 수득될 수 있는 과립형 압분체(G).

청구항 6.

제 1 항에 정의된 바와 같은 (A)를 제 1 항 내지 제 3 항 및 제 5 항중 어느 한 항에 따른 (A)-함유 과립형 압분체(G)의 형태로 사용하는, (A)로 각각 염색하거나 형광 증백시킬 수 있는 기재의 (A)에 의한 염색 또는 형광 증백 방법.

청구항 7.

제 6 항에 있어서,

(G)를 사용하여 제조한 농축 저장 용액으로 염욕 또는 날염용 페이스트를 제조함을 특징으로 하는 방법.

청구항 8.

제 6 항에 있어서,

(G)를 첨가함으로써 염욕 또는 날염용 페이스트를 직접 제조함을 특징으로 하는 방법.