

DESCRIÇÃO
DA
PATENTE DE INVENÇÃO

N.º 99 178

REQUERENTE: SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED, japonesa,
com sede em 5-33, Kitahama-4-chome, Chuo-ku,
Osaka, Japão.

EPÍGRAFE: "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE COMPOSIÇÕES GRA-
NULARES REACTIVAS CORANTES"

INVENTORES: Noriaki Yamauchi, Nobuaki Kawamura, Tatuo
Miura, Shuhei Hashizume, Isao Nakamae, Kazumi
Yoshigoe, Hiroyuki Suzuki e Iwao Minami.

**Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4.º da Convenção de Paris
de 20 de Março de 1883.**

Japão em 9 de Outubro de 1990 e em 23 de Julho de 1991,
sob os N.ºs. 02-271302 e 03-182363, respectivamente.

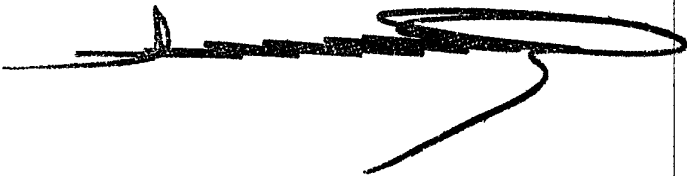
Descrição referente à patente de invenção de SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED; japonesa, industrial e comercial, com sede em 5-33, Kitahama-4-chome, Chuo-ku, Osaka, Japão, (inventores: Noriaki Yamauchi, Nobuaki Kawamura, Tatu Miura, Shuhei Hashizume, Isao Nakamae, Kazumi Yoshigoe, Hiroyuki Suzuki e Iwao Minami, residentes no Japão), para "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE COMPOSIÇÕES GRANULARES REATIVAS CORANTES".

Descrição

A presente invenção refere-se a uma composição granular reactiva corante e a um processo para produzir a composição granular.

Os corantes reactivos têm sido muito utilizados para tingir fibras de celulose devido às suas excelentes características de tingir. Contudo, no caso de produtos reactivos corantes na forma pulverizada, ocorre o empoeiramento que é indesejável do ponto de vista de manuseamento e de poluição ambiental.

Como um método para resolver um tal problema efectuou-se um que consiste na adição de uma pequena quantidade de um óleo mineral ou de uma emulsão de óleo mineral como agente anti-empoeiramento no passo final do fabrico de corantes, eliminando assim a formação de poeira. Contudo, o método falha, uma vez que o efeito anti-poeiramento diminui gradualmente durante



a armazenagem dos produtos corantes e as propriedades de empoeiramento atingem um nível considerável passado meio a 1 ano. Além disso, mesmo que se possa evitar a formação de poeiras por adição de agente anti-empoeiramento, eles deterioram a fluidez dos produtos corantes de tal forma que os produtos corantes não são aplicáveis ao doseamento automático e aos sistemas de distribuição recentemente desenvolvidos em muitos recipientes de corantes.

Além disso, os produtos reactivos corantes são, em geral, pobres em compatibilidade com água na altura que se dissolvem em água e por isso a sua dissolução tem lugar durante um período de tempo longo e é necessária uma técnica especializada para se obter uma solução corante límpida.

Por outro lado, a granulação de corantes reactivos é conhecida como um meio para eliminar a propriedade de empoeiramento e se obter uma boa fluidez. Contudo, os produtos reactivos granulares corantes formados de uma maneira habitual possuem em geral uma resistência mecânica fraca e uma fraca resistência a abrasão de grânulo. Assim, ocorre a ruptura dos produtos granulares durante o transporte e manuseamento e muitas vezes provoca o empoeiramento.

São também conhecidos produtos líquidos aquosos corantes reactivos como sendo melhores nas suas propriedades de dissolução em água ao mesmo tempo que evitam a formação de poeiras e mantêm uma boa fluidez. Contudo, os produtos líquidos aquosos têm um problema na sua estabilidade de armazenagem. O problema é que ocorre a deposição de cristais de corantes e/ou de sais inorgânicos durante a armazenagem a temperaturas baixas ou a decomposição do corante durante a armazenagem a temperaturas elevadas o que origina uma descoloração ou uma diminuição no rendimento colorante. Além disso, não se pode obter um produto líquido de concentração suficientemente elevada do corante e os corantes reactivos não podem formar-se sempre em produtos líquidos devido à sua solubilidade na água.

Um objectivo da presente invenção é proporcionar uma composição granular reactiva corante que tenha fraca proprieda-

de de empoeiramento, uma resistência de partícula suficientemente elevada para resistir ao manuseamento e transporte habituais e propriedades excelentes de fluidez e dissolução na água.

Um outro objectivo da presente invenção é proporcionar um processo para produzir a composição granular reactiva corante com vantagens industriais.

A presente invenção proporciona uma composição granular reactiva corante que inclui um corante reactivo e pelo menos um elemento seleccionado do grupo constituído pelos seguintes agentes auxiliares de granulação (a) a (d),

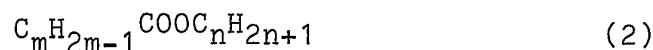
(a) óleo corante vermelho,

(b) um composto representado pela fórmula (1) seguinte,



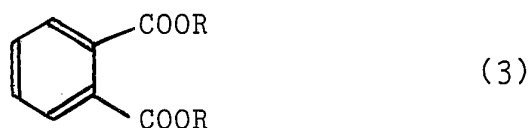
em que m representa um número entre 10 e 24, e n representa um número entre 1 e 18;

(c) um composto representado pela fórmula (2) seguinte,



em que m e n são como anteriormente definidos;

(d) um composto representado pela fórmula (3) seguinte,



em que R representa $-C_s H_{2s+1}$ em que s representa um número entre 5 e 20.

A presente invenção proporciona também um processo para produzir a composição granular reactiva corante, o qual consiste em submeter uma composição aquosa constituída por um corante reactivo e pelo menos um agente auxiliar de granulação



anteriormente definido a granulação por secagem, ou a granulação do corante reactivo numa forma pulverizada utilizando água ou um ligante, e aspergir uma solução ou suspensão aquosa de pelo menos um dos agentes auxiliares de granulação anteriormente definidos nos grânulos formados ao mesmo tempo que se submetem os grânulos a secagem, aderindo assim o agente auxiliar de granulação aos grânulos.

De acordo com o processo da presente invenção o corante reactivo pode formar-se grânulos ou grãos e, assim, na presente invenção, o termo "grânulo" inclui grão assim como grânulo.

O corante reactivo a ser utilizado na presente invenção possui pelo menos um grupo reactivo de fibra numa molécula do corante.

O termo "grupo reactivo de fibra" aqui utilizado pretende significar um grupo que reage com o grupo -OH ou -NH- de fibra para formar uma ligação covalente sob as condições de tintura.

Tais grupos reactivos de fibra são referidos em, por exemplo, Sadaharu Abeta, Kunihiro Imada: "Kaisetsu Senryo Kagaku (Explanatory Dye Chemistry)", Shikisensha, 20 de Outubro (1989), Pág. 164-267.

Como exemplos de corantes reactivos podem referir-se os que possuem numa molecula pelo menos um grupo reactivo de fibra do tipo piridina, piridazina, piridazona, pirimidina, s-triazina, quinolina, quinoxalina, quinazolina, ftalazina, benzeno, amidas, ácido alcanomonocarboxílico saturadas, alquenomonocarbamidas, alquenodicarboxiamidas, vinil-sulfamida, etil-sulfona ou vinil-sulfona B-saturadas.

Entre estes corantes reactivos são particularmente preferíveis os que possuem pelo menos um, de preferência entre 1 e 3 grupos reactivos de fibra representados pelas fórmulas (I) ou (II) seguintes:



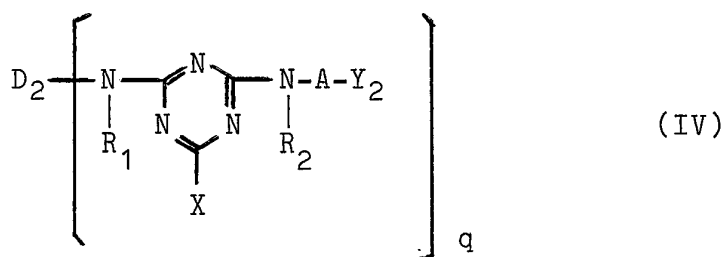


em que Z representa um grupo susceptível de ser dividido por acção de um alcali.

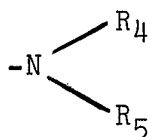
Mais especificamente, os corantes reactivos representados pelas fórmulas (III) ou (IV) seguintes são particularmente preferíveis:



em que D_1 representa um radical corante orgânico possuindo um grupo sulfo, Y_1 representa $-\text{SO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Z}_1$ em que Z_1 representa um grupo susceptível de ser dividido pela acção de um alcali e p representa um número entre 1 e 3;



em que D_2 representa um radical corante orgânico possuindo um grupo sulfo, R_1 e R_2 representam, independentemente, um átomo de hidrogénio ou alquilo facultativamente substituído, A representa um grupo fenileno ou naftileno facultativamente substituído, X representa um átomo de halogéneo, um grupo piridínio facultativamente substituído ou um grupo da fórmula seguinte:



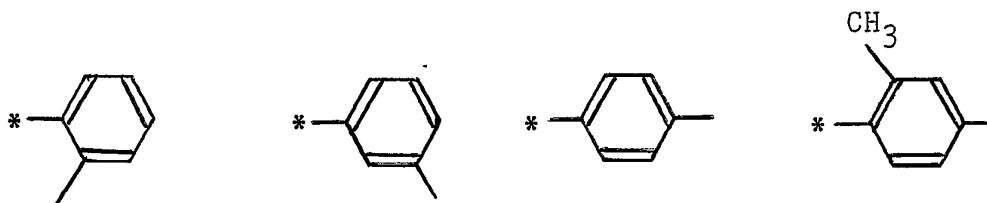
em que R_4 e R_5 representam, individual e independentemente, um grupo hidrogénio ou um grupo alquilo, fenilo, benzilo ou naftilo facultativamente substituído, Y_2 representa $-\text{SO}_2\text{CH}=\text{CH}_2$ ou $-\text{SO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Z}_2$ em que Z_2 representa um grupo susceptível de ser

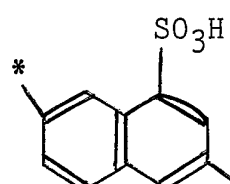
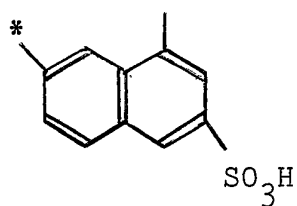
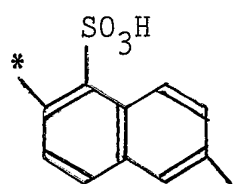
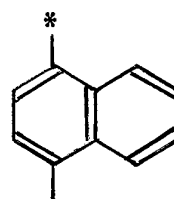
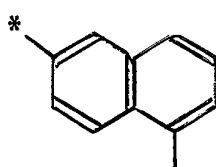
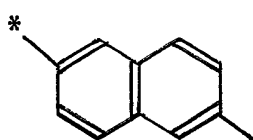
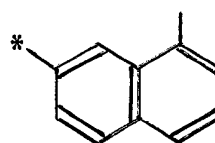
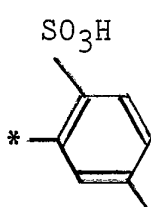
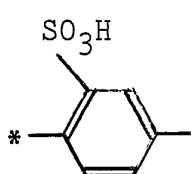
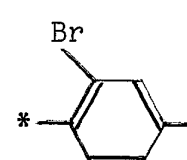
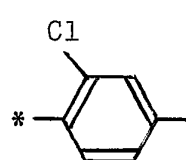
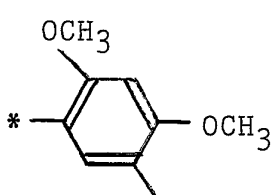
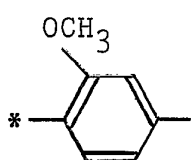
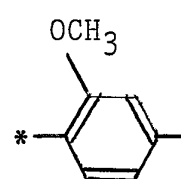
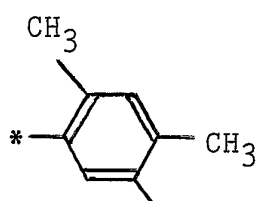
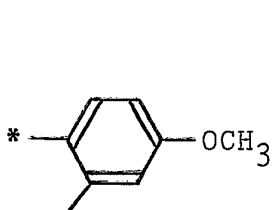
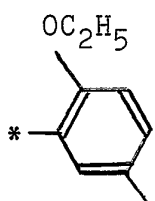
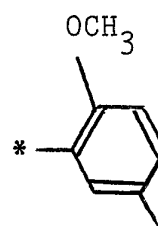
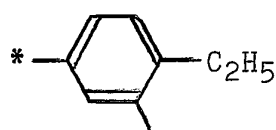
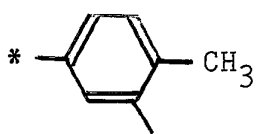
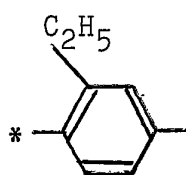

dividido pela acção de um alcali, e q representa um número entre 1 e 3.

Como exemplos de grupos susceptíveis de serem divididos pela acção de um alcali representados por Z, Z₁ e Z₂, podem referir-se o grupo éster sulfúrico, o grupo éster tiosulfúrico, o grupo éster fosfórico, o grupo éster acético, átomos de halogéneo e análogos. Entre estes, o grupo éster sulfúrico é particularmente preferível.

Como exemplos dos radicais corantes orgânicos representados por D₁ e D₂ nas fórmulas (III) e (IV), podem referir-se os radicais de corante mono-azo, corantes poli-azo tais como o corante disazo e análogos, exemplos metálicos de corantes mono-azo ou disazo, corantes metálicos de formazano, corantes de antraquinona, corantes metálicos ftalocianina, corantes de estilbeno, corantes oxazina, corantes dioxazina, corantes tri-fenilmetano, corantes fenazina, corantes xanteno, corantes tio-xanteno, corantes naftoquinona, corantes pirenoquinona, corantes perilenotetracarboímda, corantes nitro e corantes azometina. Como átomo central dos corantes complexos metálicos, formazano metálico e ftalocianina metálico, podem referir-se Cu, Cr, Co, Ni, Fe e análogos.

Como exemplos preferidos dos grupos fenileno e naftileno representados por A na fórmula (IV), podem referir-se os grupos fenileno facultativamente substituídos uma ou duas vezes por metilo, etilo, metoxi, etoxi, cloro, bromo ou sulfo e grupos naftileno facultativamente substituídos uma vez por sulfo. Os seus exemplos incluem os seguintes:







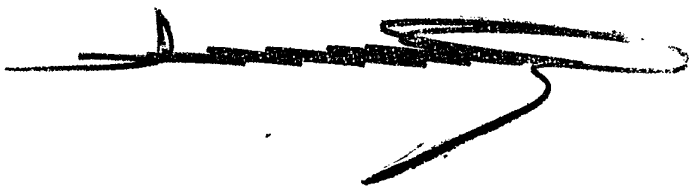
Nestas fórmulas, o sinal * representa uma ligação a

R₂.
|
-N-

Como o grupo alquilo representado por R₁ e R₂, são preferíveis grupos alquilo possuindo entre 1 e 4 átomos de carbono. Como o substituinte são preferíveis os grupos hidroxí, ciano, alcoxi, halo, carboxi, carbamoílo, alcóxicarbonilo, alquilcarboniloxi, sulfo, sulfamoílo e análogos. Os exemplos particularmente preferidos de R₁ e R₂ incluem hidrogénio, metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, iso-butilo, sec-butilo, 2-hidroxí-etilo, 2-hidroxipropilo, 3-hidroxí-propilo, 2-hidroxibutilo, 3-hidroxibutilo, 4-hidroxibutilo, 2,3-di-hidroxipropilo, 3,4-di-hidroxibutilo, cianometilo, 2-ciano-etilo, 3-cianopropilo, metoximetilo, etoximetilo, 2-metoxí-etilo, 2-etoxí-etilo, 3-metoxipropilo, 3-etoxipropilo, 2-hidroxí-3-metoxipropilo, clorometilo, bromometilo, 2-cloro-etilo, 2-bromo-etilo, 3-cloropropilo, 3-bromopropilo, 4-clorobutilo, 4-bromobutilo, carboximetilo, 2-carboxí-etilo, 3-carboxipropilo, 4-carboxibutilo, 1,2-dicarboxí-etilo, carbamoil-metilo, 2-carbamoil-etilo, 3-carbamoilpropilo, 4-carbamoilbutilo, metóxicarbonilmetilo, etóxicarbonilmetilo, 2-metóxicarboniletilo, 2-etóxicarboniletilo, 3-metóxicarbonilpropilo, 3-etóxicarbonilpropilo, 4-metóxicarbonilbutilo, 4-etóxicarbonilbutilo, metilcarboniloximetilo, etilcarboniloximetilo, 2-metilcarboniloxí-etilo, 2-etilcarboniloxí-etilo, 3-metilcarboniloxipropilo, 3-etilcarboniloxipropilo, 4-metilcarboniloxibutilo, 4-etilcarboniloxibutilo, sulfometilo, 2-sulfo-etilo, 3-sulfopropilo, 4-sulfobutilo, sulfamoílmétilo, 2-sulfamoíl-etilo, 3-sulfamoílpropilo, 4-sulfamoílbutilo e análogos.

Como o átomo de halogénio representado por X, pode referir-se cloro, flúor, bromo e análogos, sendo preferível o cloro e flúor.

Quando X representa um grupo piridínio facultativamente substituído, os exemplos dos substituintes incluem carboxi, carbamílo, sulfo, halogénio e alquilo possuindo entre 1 e 4 átomos de carbono. Como o grupo piridínio representado por X,

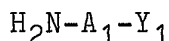

são particularmente preferíveis os grupos piridínio substituídos com carboxi - ou carbamoílo.

Quando X representa $\begin{array}{c} R_4 \\ | \\ -N-R_5 \end{array}$, os exemplos dos grupos

alquilo facultativamente substituídos e representados por R_4 e R_5 incluem metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, i-butilo, sec-butilo, -hidroxi-etilo, -sulfato-etilo, -metoxi-etilo, -carboximetilo e análogos; os exemplos do grupo fenilo facultativamente substituído incluem fenilo, 2-, 3- ou 4-sulfofenilo, 2,3- ou 4-carboxifenilo, 2-, 3- ou 4-clorofenilo, 3,4-, 3,5- ou 3,6-di-sulfofenilo e análogos; os exemplos do grupo benzilo facultativamente substituído incluem 2-, 3- ou 4-sulfo-benzilo e análogos; e os exemplos do grupo naftilo facultativamente substituído incluem 2-, 3-, 4-, 5-, 6-, 7- ou 8-sulfo-1-naftilo, 1-, 5-, 6-, 7- ou 8-sulfo-2-naftilo, 2,4-, 5,7-, 6,8-, 4,8-, 4,7-, 3,8-, 4,6-, 3,7- ou 3,6-di-sulfo-2-naftilo, 4,6,8-, 2,4,7- ou 3,6,8-tri-sulfo-1-naftilo, 1,5,7-, 4,6,8- ou 3,6,8-tri-sulfo-2-naftilo e análogos.

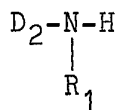
Na presente invenção os grupos alquilo e alcoxi possuem entre 1 e 4 átomos de carbono, respectivamente, excepto se especificado de outro modo.

Os corantes reactivos representados pela fórmula (III) podem produzir-se de acordo com um método conhecido, por exemplo, utilizando um composto amina aromática representado pela fórmula seguinte:

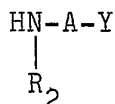


em que Y_1 é como anteriormente definido e o significado de A_1 é o mesmo de A na fórmula (IV), como um componente diazo ou um componente condensado.

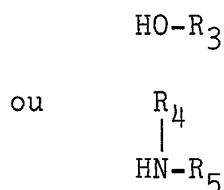
O corante reactivo representado pela fórmula (IV) pode produzir-se submetendo a 2,4,6-tri-halogeno-s-triazina a sucessivas reacções de condensação num meio aquoso com um composto contendo um grupo sulfo representado pela fórmula seguinte:



em que D_2 e R_1 são como anteriormente definidos, um composto representado pela fórmula seguinte:

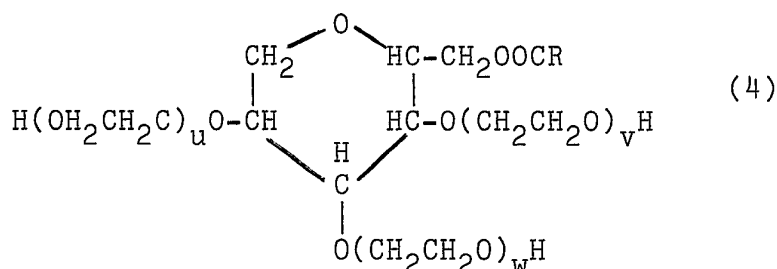


em que R_2 , A e Y são como anteriormente definidos e facultativamente um composto representado pela fórmula seguinte:

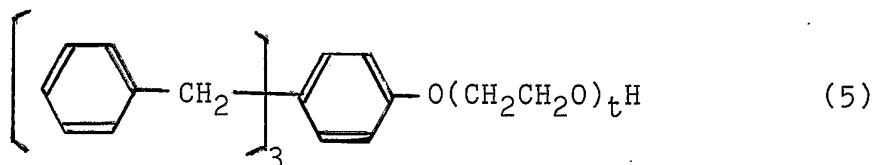


em que R_3 , R_4 e R_5 são como anteriormente definidos, numa ordem arbitrária.

Para produzir a composição granular da presente invenção, utiliza-se óleo corante vermelho e os compostos representados pelas fórmulas (1) a (3) anteriormente mencionados como agentes auxiliares de granulação sôzinhos ou na forma de uma mistura de dois ou mais componentes. Quando se utilizam os compostos representados pelas fórmulas (1) a (3) é preferível utilizá-los em combinação com pelo menos um emulsificante seleccionado do grupo constituído por compostos representado pela fórmula (4) seguinte:



em que R representa um grupo alifático saturado ou insaturado tal com alquilo ou alquenilo possuindo entre 7 e 23 átomos de carbono e u+v+w representa um número entre 10 e 30 e os compostos representados pela fórmula (5) seguinte:

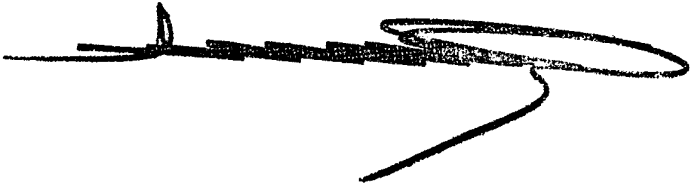


em que t representa um número entre 5 e 10. Os compostos representados pelas fórmulas (1) e (2) utilizados na presente invenção são bem conhecidos como ésteres de ácidos gordos superiores e os compostos representados pela fórmula (3) existem comercialmente disponíveis sob o nome de, por exemplo, vinyzizer 80 (fabricado por Kao K.K.). Os compostos representados pelas fórmulas (4) e (5) estão também comercialmente disponíveis sob os nomes de Rheodol Super TW E Emulgen B (ambos fabricados por Kao K.K.), respectivamente. Estes agentes auxiliares de granulação são utilizados numa quantidade de 5 partes em peso ou menos, de preferência 3 partes em peso ou menos e mais preferivelmente entre 0,01 e 1 parte em peso, por 100 partes em peso do corante reactivo anteriormente referido. De preferência, este agente auxiliar de granulação utiliza-se na forma de uma solução aquosa ou de uma suspensão aquosa.

Os emulsionantes representados pelas fórmulas (4) e (5) são utilizados numa quantidade compreendida entre 5 e 100% em peso, de preferência, entre 10 e 50% em peso, com base no peso do agente auxiliar de granulação.

O processo para a produção de composições granulares da presente invenção não é particularmente limitado mas pode produzir-se por, por exemplo, preparação de uma composição aquosa incluindo corante reactivo e os agentes auxiliares de granulação anteriormente referidos e submetendo a composição aquosa a granulação por secagem.

Na preparação da composição aquosa o corante reactivo pode utilizar-se numa forma pulverizada produzida de acordo com



métodos convencionais ou na forma de uma massa húmida ou uma mistura de reacção obtida no decurso da produção do corante reactivo. Embora um conteúdo em sólidos incluindo o corante reactivo e os agentes auxiliares de granulação na composição aquosa não seja particularmente crítico é normalmente de 5% em peso ou mais e de preferência 10% em peso ou mais. O conteúdo em sólidos é 30% em peso ou mais preferivelmente depende da eficiência de secagem. Considerações de eficiência de operação e outras definem o limite superior do conteúdo em sólidos como compreendido de preferência entre 60 e 70% em peso. Para controlo do conteúdo em sólidos pode efectuar-se a desmineralização da composição aquosa de acordo com procedimentos conhecidos tais como o método de arrefecimento da solução corante aquosa, o método de desmineralização utilizando membrana e análogos.

A granulação por secagem da composição aquosa efectua-se por secagem e granulação simultânea e pode efectuar-se, com vantagem, utilizando, por exemplo, um secador por aspersão ou um secador de aspersão de leito fluidizado.

A composição granular da presente invenção pode também produzir-se por granulação do corante reactivo numa forma pulverizada e aspersão de uma solução ou suspensão aquosa do agente auxiliar de granulação nos grânulos formados submetendo ao mesmo tempo o grânulo a secagem. Mais especificamente, o corante reactivo numa forma pulverizada é carregado num granulador de leito fluidizado não equipado ou equipado com disco rotativo e agitador ou análogos para formar um leito fluidizado e simultaneamente é aspergida água ou uma solução aquosa de ligante no leito fluidizado ao mesmo tempo que o leito fluidizado é continuamente formado, formando-se assim o corante reactivo pulverizado em grânulos, que em seguida são secos. Numa altura adequada da fase de secagem, normalmente, quando o conteúdo em água atingiu os 15% ou menos, uma solução ou suspensão aquosa contendo o agente auxiliar de granulação é aspergida no grânulo. Depois de uma quantidade pré-determinada do agente auxiliar de granulação ter sido aspergida, seca-se de novo até à secagem completa, obtendo-se assim a composição granular desejada.



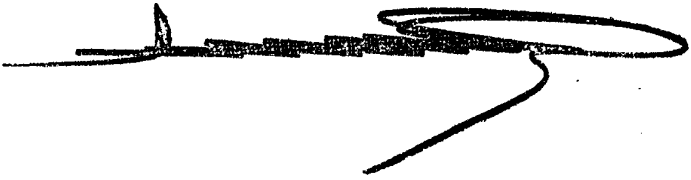
Na presente invenção, a secagem completa-se, de preferência, numa altura em que o conteúdo em água atinge os 15% em peso ou menos.

A composição granular da presente invenção pode conter sais inorgânicos incluindo acetato de sódio formado como subproduto num processo de produção de corantes convencional, assim como ligantes tais como alginato de sódio, CMC, PVA, outros polímeros solúveis em água e análogos, agentes dispersantes, agentes tensio-activos, auxiliares de tinturaria, agentes solubilizantes, agentes anti-espuma, agentes antisépticos e análogos. Além disso, a presente composição granular, pode conter um tampão de pH tal como acetato de sódio ou potássio, oxalato de sódio ou potássio, borato de sódio ou potássio, fosfato de sódio ou potássio ou suas misturas.

A presente invenção a composição granular obtida pode de preferência, ser classificada para regular a dimensão de partícula de grânulos aproximadamente entre 60 μm e 1000 μm . A classificação pode efectuar-se de uma forma convencional. Pode, por exemplo, efectuar-se rejeitando as partículas grosseiras possuindo uma dimensão aproximadamente superior a 1 000 μm utilizando um crivo padrão possuindo uma malha de 1,0 mm como prescrito em JIS Z8801 e rejeitando as partículas finas possuindo uma dimensão aproximadamente inferior a 60 μm utilizando um classificador de ar, um classificador de leito fluidizado, um classificador de crivo com vibração e análogos.

A densidade volúmica da composição granular obtida de acordo com a presente invenção está normalmente compreendida entre 0,4 e 1g/cm³.

A composição granular da presente invenção assim obtida é superior nas suas propriedades anti-empoeiramento e excelente nas propriedades de resistência de partícula, dissolução na água e fluidez. Além disso, estas excelentes propriedades características dificilmente são deterioradas mesmo quando a composição é armazenada à temperatura ambiente durante um período de um ano ou superior ou a 60°C durante duas semanas ou mais, o que demonstra a sua excelente estabilidade na armazena-



gem. Devido a estas excelentes propriedades características a composição granular da presente invenção é adequada para doseamento automático ou sistemas de libertação em envólucros de corantes e exige apenas um curto período de tempo para dissolução na água e pode ser industrialmente utilizada com vantagem para tingir ou pintar fibras tais como celulosas naturais e regeneradas, lãs, sedas, poliamidas sintéticas e análogos.

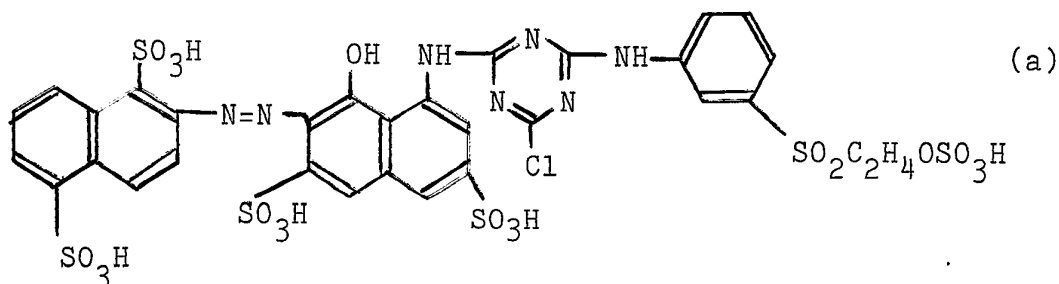
A presente invenção é explicada com mais pormenor por intermédio dos exemplos seguintes. Esta invenção não é de qualquer modo limitada por estes exemplos. Nos exemplos, avaliaram-se as propriedades de empoeiramento e resistência da partícula de acordo com as medições seguintes.

Propriedade de empoeiramento: Fez-se uma composição granular corante cair numa câmara de poeira através dum tubo de queda possuindo um diâmetro de 47 mm e uma altura de 800 mm. Aspirou-se a poeira formada através de um papel de filtro a um caudal constante, e examinou-se a extensão da mancha do papel de filtro e determinou-se o grau de empoeiramento com base nessa mancha. Classificou-se o grau em A, B, C, D e E, em que A significa "sem mancha" e E significa "a mancha maior".

Resistência de partícula: Introduziu-se uma composição granular corante num frasco de vidro com uma parede espessa de 100 ml e em seguida agitou-se para cima e para baixo durante um período de tempo pré-determinado utilizando um condicionador de pintura e depois mediu-se a quantidade de pó fino (63 um ou menor) com um dispositivo de medida de distribuição da dimensão de partícula tipo. Com base nos resultados avaliou-se a resistência da partícula. A resistência da partícula diminui com o aumento da quantidade de pó fino.

Exemplo 1

A 1 000 partes em peso de uma solução aquosa corante possuindo um conteúdo em corante de 13% em peso e contendo um corante representado pela fórmula (a) seguinte na forma ácido livre:



adicionaram-se 19 partes em peso de fosfato primário de sódio e 40 partes em peso de sulfato de sódio anidro que foi adicionado para normalizar a concentração do corante numa composição corante final e ajustou-se o valor de pH da solução corante a 6,0. Em seguida adicionaram-se 0,1 partes em peso correspondente a 0,08% em peso com base no peso do corante (a) de uma mistura de um composto representado pela fórmula (2) atrás referida em que m era 17 e n era 16 como um agente auxiliar de granulação e um composto representado pela fórmula (4) em que R era $C_{17}H_{33}$ e $u+v+w$ era 20, como um emulsionante, sendo a proporção em peso entre o agente auxiliar e o emulsionante de 8:2, e fez-se a suspensão na solução corante. A mistura assim obtida foi seca por aspersão aspergindo-a a partir do bocal superior de um secador de aspersão. O produto granulado e seco era continuamente retirado da parte inferior do secador. Em seguida separaram-se as partículas finas possuindo uma dimensão de partícula inferior a aproximadamente 60 μm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar. A composição granular reactiva corante obtida de acordo com o procedimento atrás referido possuía as seguintes propriedades características. Era muito superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía resistencia de partícula elevada e propriedade excelente de dissolução em água.

densidade volúmica 0.48 g/cm³

Distribuição de dimensão

de partícula	<63 μm	63-250 μm	250-500 μm
	0.2%	83.6%	16.2%

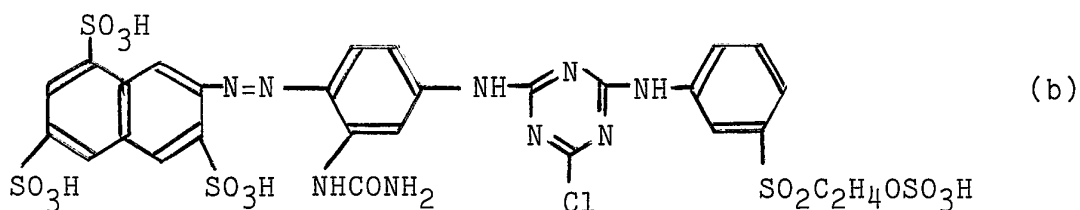
Propriedade de empoeiramento A

Resistência de partícula 0.5% (<63 µm)

Conteúdo em água 6.3%

Exemplo 2

A 1 000 partes em peso de uma solução corante aquosa (conteúdo em corante de 10,3% em peso) contendo um corante representado pela fórmula (b) seguinte na forma de ácido livre:



adicionaram-se fosfato primário de sódio, condensado de ácido naftaleno-sulfônico (Demol RN, fabricado por Kao K.K.) e sulfato de sódio anidro necessário para normalizar a concentração de corante na composição corante final. Ajustou-se depois o valor de pH da solução corante assim obtida (conteúdo em sólidos de 17,5% em peso) a 5,7. Adicionaram-se depois 0,1 partes em peso (correspondente a 0,1% em peso do componente corante) de uma mistura 7:2:1 (em peso) constituída por um composto representado pela fórmula (3) em que R era $-\text{CH}_2-\underset{\text{C}_2\text{H}_5}{\text{CH}}-\text{C}_4\text{H}_9$

como um agente auxiliar de granulação e os compostos representados pela fórmula (4) em que R era $\text{C}_{17}\text{H}_{33}$ e $u+v+w$ era 20 e pela fórmula (5) em que t era 20, ambos como um emulsificante, fez-se a suspensão na solução corante e depois secou-se por aspersão a mistura assim obtida por lançamento a partir do bocal superior de um secador por aspersão. O produto granulado e seco assim obtido foi continuamente descarregado a partir da parte inferior do secador. Separaram-se depois as partículas finas possuindo dimensões de partículas inferiores a aproximadamente 60 µm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar.

A composição granular reactiva corante assim obtida possuía as seguintes propriedades características. Era muito



superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía resistência de partícula elevada e propriedade excelente de dissolução na água.

densidade volúmica	0.52 g/cm ³						
distribuição de dimensão de partícula	<table><tr><td><63 µm</td><td>63-250 µm</td><td>250-500 µm</td></tr><tr><td>0.3%</td><td>94.8%</td><td>4.9%</td></tr></table>	<63 µm	63-250 µm	250-500 µm	0.3%	94.8%	4.9%
<63 µm	63-250 µm	250-500 µm					
0.3%	94.8%	4.9%					
Propriedade de empoeiramento	A-B						
Resistência de partícula	0.6% (<63 µm)						
Conteúdo de água	6.8%						

Exemplo 3

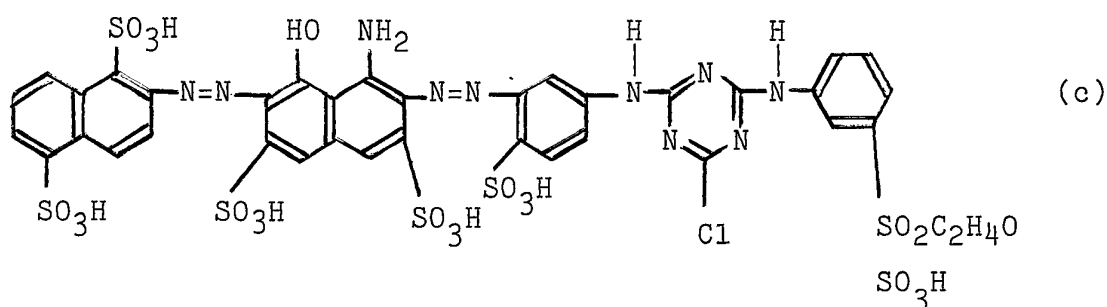
A 1 000 partes em peso de uma solução corante aquosa (conteúdo em corante de 13,0% em peso) contendo o corante representado pela fórmula (a) anteriormente referida na forma de ácido livre adicionaram-se fosfato primário de sódio e sulfato de sódio anidro necessário para normalizar a concentração de corante numa composição corante final. Em seguida ajustou-se o valor de pH da solução corante assim obtida (conteúdo em sólidos de 22% em peso) a 5,8. Em seguida, adicionaram-se 0,5 partes em peso de óleo corante vermelho (correspondente a 0,38% em peso com base no componente corante) e dissolveram-se na solução corante como um agente auxiliar de granulação e secou-se por aspersão a mistura assim obtida aspergindo-a a partir do bocal superior de um secador por aspersão. O produto granulado e seco assim obtido foi continuamente descarregado a partir da parte inferior do secador. Separaram-se depois as partículas finas possuindo dimensão inferior a aproximadamente 60 µm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar.

A composição granular reactiva corante obtida pelo procedimento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades características. Era superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía resistência de partícula elevada e propriedade de dissolução na água boa.

Densidade volúmica	0.45 g/cm ³		
Distribuição de tamanho de partícula	<63 µm	63-250 µm	250-500 µm
	0.2%	75.5%	24.3%
Propriedade de empoeiramento	A		
Resistência de partícula	0.4% (<63 µm)		
Conteúdo em água	5.8%		

Exemplo 4

A 1000 partes em peso de uma solução corante aquosa (conteúdo em corante de 12,0% em peso) contendo um corante representado pela fórmula (c) seguinte na forma de ácido livre:



adicionaram-se fosfato primário de sódio e sulfato de sódio anidro necessário para a normalização da concentração corante na composição corante final. Ajustou-se depois o valor de pH da solução corante (conteúdo em sólidos de 16,4% em peso) assim obtida a 5,4. Adicionaram-se depois 0,6 partes em peso de óleo corante vermelho (correspondente a 0,4% em peso do componente corante) e dissolveu-se na solução corante como um agente auxiliar de granulação, e secou-se por aspersão a mistura aspergindo-a a partir do bocal superior de um secador por aspersão. O produto granulado e seco assim obtido foi continuamente descarregado a partir da parte inferior do secador. Separaram-se depois as partículas finas possuindo dimensão de partícula aproximadamente inferior a 60 µm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar.



A composição granular reactiva corante obtida pelo tratamento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades características. Era muito superior na propriedade anti-empoeiramento, e possuía elevada resistência de partícula e excelente propriedade de dissolução na água.

Densidade volúmica	0.59 g/cm ³		
Distribuição de dimensão de partícula	<63 µm	63-250 µm	250-500 µm
	0.2%	98.5%	1.3%
Propriedade de empoeiramento	A		
Resistência de partícula	0.4% (<63 µm)		
Conteúdo de água	5.1%		

Exemplo 5

A 1000 partes em peso de uma solução corante aquosa (conteúdo em corante de 13,0% em peso) contendo um corante representado pela fórmula (a) na forma de ácido livre adicionaram-se fosfato primário de sódio e sulfato de sódio anidro necessário para normalizar a solução corante numa composição corante final. Ajustou-se depois o valor de pH da solução corante (conteúdo em sólidos de 22% em peso) a 6,0. Adicionaram-se depois 0,4 partes em peso (correspondente a 0,3% em peso com base no componente corante) de óleo vermelho corante como um agente auxiliar de granulação e 0,12 partes em peso (correspondente a 0,09% em peso com base no componente corante) de uma mistura 7 : 2 : 1 (em peso) constituída por um composto representado pela fórmula (3) em que R era $-\text{CH}_2-\underset{\text{C}_2\text{H}_5}{\text{CH}}-\text{C}_4\text{H}_9$

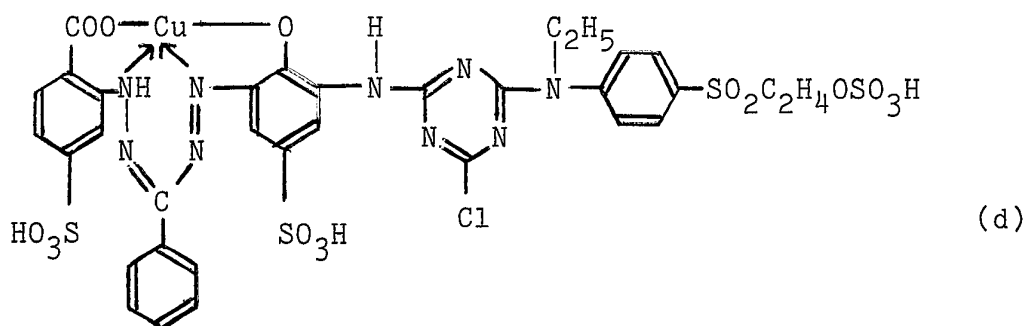
como um agente auxiliar de granulação, um composto representado pela fórmula (4) em que R era $\text{C}_{17}\text{H}_{33}$ e $u+v+w$ era 20 e um composto representado pela fórmula (5) em que t era 15, ambos como emulsionantes e fez-se a suspensão na solução corante. Aspergiu-se a suspensão a partir do bocal superior do secador por

aspersão de leito fluidizado. A medida que se formava uma camada fluidizada de partículas secas na parte inferior do secador, a granulação ia continuando sucessivamente. Os grânulos de corante cuja dimensão de partícula tinha excedido o valor pré-determinado eram continuamente descarregados para o exterior por intermédio de um alimentador de parafuso. Separaram-se depois as partículas finas possuindo uma dimensão de partícula aproximadamente inferior a 60 μm e removeram-se por intermédio de um classificador de ar. A composição granular reactiva corante obtida pelo tratamento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades características. Era superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía uma resistência de partícula elevada e uma boa propriedade de dissolução na água.

Densidade volúmica	0.51 g/cm ³		
Distribuição de dimensão de partícula	<63 μm	63-250 μm	250-500 μm
	0.2%	70.6%	29.2%
Propriedade de empoeiramento	A		
Resistência de partícula	0.4% (<63 μm)		
Conteúdo de água	6.5%		

Exemplo 6

A 1000 partes em peso de uma solução corante aquosa (conteúdo em corante de 11,0% em peso) contendo um corante representado pela fórmula (d) seguinte na forma de ácido livre:





adicionaram-se fosfato primário de sódio e condensado de ácido naftaleno-sulfônico. Ajustou-se depois o valor de pH da solução corante assim obtida (conteúdo em sólidos de 18,2% em peso) a 5,8. Adicionaram-se depois 0,1 partes em peso (correspondente a 0,09% em peso com base no componente corante) de uma mistura 7 : 2 : 1 (em peso) constituída por um composto de fórmula (3) em que R era $-\text{CH}_2\underset{\text{C}_2\text{H}_5}{\text{CH}}-\text{C}_4\text{H}_9$ de fórmula (4) em que R era $\text{C}_{17}\text{H}_{33}$ e

u+v+w era 22 e um composto representado pela fórmula (5) em que t era 30, como emulsionantes e fez-se uma suspensão. Aspergiu-se a suspensão a partir do bocal superior de um secador por aspersão de leite fluidizado e continuou-se sucessivamente a granulação ao mesmo tempo que se formava uma camada fluidizada de partículas secas na parte inferior do secador. As partículas granuladas corantes cuja dimensão de partícula excediam um valor pré-determinado eram continuamente descarregadas para o exterior por intermédio de um alimentador de parafuso. Separaram-se depois as partículas finas possuindo dimensão de partícula aproximadamente inferior a 60 μm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar. A composição granular reactiva corante obtida pelo tratamento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades características. Era muito superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía resistência de partícula elevada e uma boa propriedade de dissolução em água.

Densidade volúmica	0.54 g/cm ³		
Distribuição de dimensão de partícula	<63 μm	63-250 μm	250-500 μm
	0.3%	80.2%	19.5%
Propriedade de empoeiramento	A-B		
Resistência de partícula	0.5% (<63 μm)		
Conteúdo de água	6.5%		

Exemplo 7

A uma solução aquosa corante (conteúdo em corante 10,3% em peso) contendo o corante representado pela fórmula (b) na forma de ácido livre adicionaram-se fosfato primário de sódio, condensado de ácido naftaleno-sulfônico-formaldeído e sulfato de sódio anidro necessário para a normalização da concentração corante numa composição corante final. Ajustou-se depois o valor de pH da solução corante assim obtida (conteúdo em sólidos 17,5% em peso) a 5,8. Adicionou-se depois 0,58% em peso, com base no componente corante, de óleo corante vermelho, dissolveu-se como um agente auxiliar de granulação e aspergiu-se a solução resultante a partir do bocal superior de um secador por aspersão de leito fluidizado. A granulação continuou sucessivamente ao mesmo tempo que se formava uma camada fluidizada de partículas secas na parte inferior do secador. As partículas de corante cuja dimensão excedia o valor pré-determinado foram continuamente descarregadas para o exterior por meio de um alimentador de parafuso. Separaram-se depois as partículas finas possuindo uma dimensão inferior a aproximadamente 60 μm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador. A composição granular reactiva corante obtida pelo tratamento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades. Possuía uma melhor propriedade anti-empoeiramento, resistência de partícula superior e uma melhor propriedade de dissolução na água.

Densidade volúmica	0.49 g/cm ³		
Distribuição de dimensão de partícula	<63 μm	63-250 μm	250-500 μm
	0.3%	68.9%	30.8%
Propriedade de empoeiramento	B		
Resistência de partícula	0.7% (<63 μm)		
Conteúdo de água	7.5%		



Exemplo 8

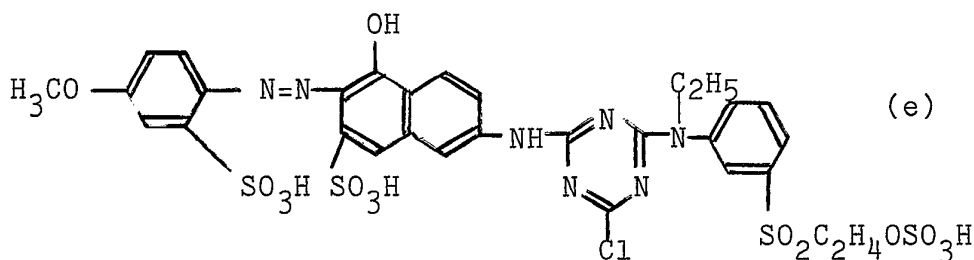
Na preparação de uma composição granular reactiva corante utilizando um secador de leito fluidizado carregaram-se 500 partes em peso do corante representado pela fórmula (a) na forma de ácido livre (um corante reactivo pulverizado seco com um secador por aspersão normal (conteúdo em corante de 52,2% em peso) num secador de leito fluidizado e formou-se uma camada fluidizada por intermédio de ar quente. Efectuou-se a granulação ao mesmo tempo que se aspergiu água como um ligante no leito fluidizado de forma a manter um conteúdo em água constante. Depois da granulação interrompeu-se a aspersão da água, efectuou-se uma secagem intermediária, e subsequentemente aspergiu-se uma solução aquosa a 10% (em peso) de um óleo corante vermelho como um agente auxiliar de granulação a uma taxa de 13 partes em peso por minuto durante um período de 3 minutos e depois de se completar a aspersão efectuou-se uma secagem final durante 10 minutos. Na altura da granulação e secagem ajustou-se a temperatura de entrada do ar quente a 80°C. Retirou-se o total de uma quantidade de uma porção de produto granulado seco e separaram-se as partículas finas possuindo uma dimensão de partícula inferior a aproximadamente 60 μm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar. A composição granular reactiva corante obtida pelo tratamento anteriormente referido possuía as propriedades seguintes. Possuía uma propriedade anti-empoeiramento muito superior, uma resistência de partícula elevada e uma boa propriedade de dissolução na água.

propriedades características do produto:

Densidade volumica	0.66 g/cm ³												
Distribuição de dimensão de partícula	<table><tr><td><63 μm</td><td>63-250 μm</td><td>250-500 μm</td></tr><tr><td>0.3%</td><td>43.2%</td><td>32.1%</td></tr><tr><td>500-1,000 μm</td><td></td><td></td></tr><tr><td>24.4%</td><td></td><td></td></tr></table>	<63 μm	63-250 μm	250-500 μm	0.3%	43.2%	32.1%	500-1,000 μm			24.4%		
<63 μm	63-250 μm	250-500 μm											
0.3%	43.2%	32.1%											
500-1,000 μm													
24.4%													
Propriedade de empoeiramento	A												
Resistência de partícula	0.5% (<63 μm)												
Conteúdo de água	8.7%												

Exemplo 9

Para produzir uma composição granular reactiva corante utilizando um granulador de leito fluidizado, carregaram-se 500 partes em peso de um corante representado pela fórmula (e) seguinte na forma de ácido livre:



(um corante reactivo em pó seco com um secador por aspersão normal) (conteúdo em corante de 41,7% em peso) num granulador de leito fluidizado e, em seguida, repetiu-se o procedimento do Exemplo 8 com excepção que se utilizou 1% em peso de solução aquosa de PVA como um ligante e aspergiu-se uma suspensão aquosa contendo 5,0% em peso de uma mistura de 7 : 2 : 1 (em peso) constituída por um composto da fórmula (3) em que R era

$$\begin{array}{c} -\text{CH}_2-\text{CH}-\text{C}_4\text{H}_9 \\ | \\ \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$$

, como um agente auxiliar de granulação, um compos

to representado pela fórmula (4) em que R era $\text{C}_{17}\text{H}_{33}$ e $u+v+w$ era 20 e um composto representado pela fórmula (5) em que t era 10 (os últimos dois como um emulsionante), a uma taxa de 9 partes em peso por minuto durante um período de 3,5 minutos. Obteve-se assim uma composição granular reactiva corante.

Propriedades características do produto:

Densidade volúmica	0.45 g/cm ³		
Distribuição de dimensão de partícula	<63 µm	63-250 µm	250-500 µm
	0.2%	77.6%	19.5%
		500-1,000 µm	
		2.7%	

Propriedade de empoeiramento B



Resistência de partícula	0.5% (<63 μm)
Conteúdo de água	7.5%

Exemplo 10

A 1000 partes em peso de uma solução aquosa corante (conteúdo em corante de 14,3% em peso) contendo o corante representado pela fórmula (a) na forma de ácido livre, anteriormente referida, adicionaram-se fosfato primário de sódio e sulfato de sódio anidro necessário para a normalização da concentração de corante numa composição corante final. Ajustou-se depois o valor do pH da solução corante assim obtida (conteúdo em sólidos de 24,1% em peso) a 6,0. Adicionou-se depois 0,13 partes em peso do mesmo agente auxiliar de granulação/mistura emulsionante como no Exemplo 1 (correspondente a 0,09% em peso com base no componente corante) e fez-se uma suspensão na solução corante e secou-se por aspersão a mistura assim obtida aspergindo-a a partir do bocal superior de um secador por aspersão. O produto granulado e seco assim obtido foi continuamente descarregado a partir do fundo do secador. Separaram-se depois as partículas finas possuindo uma dimensão de partícula aproximadamente inferior a 60 μm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar.

A composição granular reactiva corante obtida pelo procedimento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades características. Era muito superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía resistência de partícula elevada e boa propriedade de dissolução na água.

Densidade volúmica	0.50 g/cm ³		
Distribuição da dimensão de partícula	<63 μm	63-250 μm	100-250 μm
	0.1%	4.5%	80.9%
	250-500 μm	500 μm <	
	14.5%	0%	

Propriedade de empoeiramento A



Resistência de partícula	0.3% (<63 µm)
Conteúdo de água	6.5%

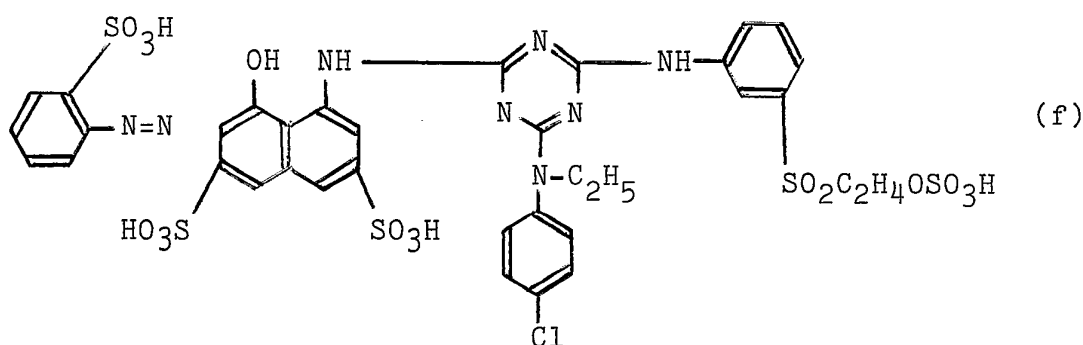
Exemplo 11

A 1000 partes em peso de uma solução corante aquosa (conteúdo em corante de 12,4% em peso) contendo o corante representado pela fórmula (b) anteriormente referida na forma de ácido livre adicionaram-se fosfato primário de sódio e sulfato de sódio anidro necessários para normalizar a concentração de corante na composição corante final. Ajustou-se depois o valor de pH da composição corante assim obtida (conteúdo em sólidos de 20,9% em peso) a 5,7. Adicionou-se depois 0,1 partes em peso do mesmo agente auxiliar de granulação/mistura emulsionante como no Exemplo 2 (correspondente a 0,08% em peso com base no componente corante) e fez-se a suspensão na solução corante e secou-se por aspersão a mistura assim obtida aspergindo-a a partir do bocal superior de um secador por aspersão. O produto granulado e seco assim obtido foi continuamente descarregado a partir da parte inferior do secador. Separaram-se depois as partículas finas possuindo dimensão de partícula aproximadamente inferior a 60 µm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar. A composição granular reactiva corante obtida pelo procedimento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades características. Era muito superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía uma resistência de partícula elevada e boa propriedade de dissolução em água.

Densidade volúmica	0.55 g/cm ³		
Distribuição da dimensão de partícula	<63 µm	63-250 µm	100-250 µm
	0.2%	2.7%	89.7%
	250-500 µm	500 µm<	
	7.4%	0%	
Propriedade de empoeiramento	A-B		
Resistência de partícula	0.4% (<63 µm)		
Conteúdo de água	6.0%		

Exemplo 12

A 1000 partes em peso de uma solução corante aquosa (conteúdo em corante de 12,6% em peso) contendo um corante representado pela fórmula (f) seguinte na forma de ácido livre:



adicionaram-se fosfato primário de sódio e sulfato de sódio a-nidro necessários para normalizar a concentração de corante numa composição de corante final. Ajustou-se depois o valor de pH da solução corante (conteúdo em sólidos de 21,5% em peso) assim obtida a 5,4. Adicionou-se depois 0,6 partes em peso de óleo corante vermelho (correspondente a 0,48% em peso do componente corante depois de secagem) e dissolveu-se na solução corante e secou-se por aspersão a mistura aspergindo-a a partir do bocal superior de um secador por aspersão. O produto granulado e seco assim obtido foi continuamente descarregado a partir do fundo do secador. Separaram-se depois as partículas finas possuindo dimensão de partícula aproximadamente inferior a 60 μm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar.

A composição granular reactiva corante obtida pelo tratamento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades características. Era muito superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía resistência de partícula elevada e boas propriedades de dissolução na água.

Densidade volúmica 0.59 g/cm³

Distribuição de dimensão

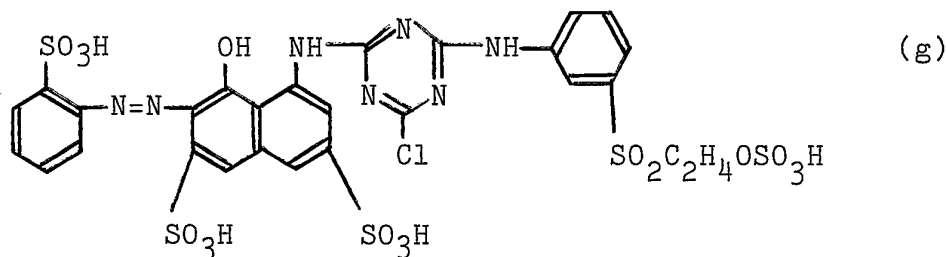
de partícula	<63 μm	63-100 μm	100-250 μm
	0.1%	3.2%	85.9%



	250-500 μm	500 μm <
	10.8%	0%
Propriedade de empoeiramento	A	
Resistência de partícula	0.3% (<63 μm)	
Conteúdo de água	5.1%	

Exemplo 13

A 1000 partes em peso de uma solução aquosa corante (conteúdo em corante de 13,4% em peso) contendo um corante representado pela fórmula (g) seguinte na forma de ácido livre:



adicionaram-se fosfato primário de sódio e sulfato de sódio anidro necessários para normalizar a concentração de corante numa composição corante final e ajustou-se o valor de pH da solução corante assim obtida (conteúdo em sólidos de 17,8% em peso) a 6,0. Adicionou-se depois 0,1 partes em peso (correspondente a 0,08% em peso do componente corante) de uma mistura 8 : 2 (em peso) constituída por um composto representado pela fórmula (2) anteriormente referida em que m era 17 e n era 16 como um agente auxiliar de granulação e um composto representado pela fórmula (4) em que R era $\text{C}_{17}\text{H}_{33}$ e $u+v+w$ era 20 como um emulsionante e fez-se a suspensão da solução corante. Secou-se por aspersão a solução assim obtida aspergindo-a a partir do bocal superior de um secador por aspersão. O produto granulado e seco era continuamente descarregado a partir do fundo do secador. Separaram-se depois as partículas finas possuindo dimensão de partícula aproximadamente inferior a 60 μm e rejeitaram-se por intermédio de um secador de ar. A composição granular reactiva corante obtida de acordo com o procedimento anteriormente refe-

~~CONFIDENTIAL~~

rido possuía as seguintes propriedades características. Era muito superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía uma resistência de partícula elevada e boas propriedades de dissolução em água.

Densidade volúmica	0.51 g/cm ³						
Distribuição de dimensão de partícula	<table><tr><td><63 µm</td><td>63-250 µm</td><td>250-500 µm</td></tr><tr><td>0.5%</td><td>80.6%</td><td>18.9%</td></tr></table>	<63 µm	63-250 µm	250-500 µm	0.5%	80.6%	18.9%
<63 µm	63-250 µm	250-500 µm					
0.5%	80.6%	18.9%					
Propriedade de empoeiramento	A						
Resistência de partícula	0.8% (<63 µm)						
Conteúdo de água	5.0%						

Exemplo 14

A 1000 partes em peso de uma solução corante aquosa (conteúdo em corante de 13,0% em peso) contendo um corante representado pela fórmula (b) na forma de ácido livre adicionaram-se fosfato primário de sódio e sulfato de sódio anidro necessários para normalizar a concentração de corante numa composição de corante final. Ajustou-se depois o valor de pH da solução corante (conteúdo em sólidos de 21,9% em peso) assim obtida a 5,7. Adicionou-se depois 0,1 partes em peso (correspondente a 0,1% em peso com base no componente corante) de uma mistura 7 : 2 : 1 (em peso) constituída por um composto representado pela fórmula (3) em que R era $-\text{CH}_2-\underset{\text{C}_2\text{H}_5}{\underset{|}{\text{CH}}}-\text{C}_4\text{H}_9$

como um agente auxiliar de granulação, um composto representado pela fórmula (4) em que R era $\text{C}_{17}\text{H}_{33}$ e $u+v+w$ era 20 e um composto representado pela fórmula (5) em que t era 20, ambos como um emulsionante, e fez-se a suspensão da solução corante. Secou-se a suspensão por aspersão aspergindo-a a partir do bocal superior de um secador por aspersão de leito fluidizado. O produto granulado e seco era continuamente descarregado a partir do fundo do secador. Separaram-se depois as partículas finas possuindo dimensão de partícula inferior a aproximadamente 60µm

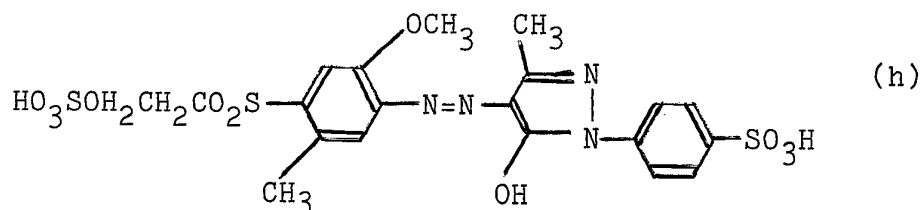
e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar.

A composição granular reactiva corante obtida pelo tratamento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades características. Era muito superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía resistência de partícula elevada e boas propriedades de dissolução na água.

Densidade volúmica	0.55 g/cm ³		
Distribuição de dimensão de partícula	<63 μm	63-250 μm	250-500 μm
	0.6%	91.1%	8.3%
Propriedade de empoeiramento	A		
Resistência de partícula	0.8% (<63 μm)		
Conteúdo de água	6.0%		

Exemplo 15

A 1000 partes em peso de uma solução corante aquosa (conteúdo em corante de 23,1% em peso) contendo um corante representado pela fórmula (h) seguinte na forma de ácido livre:



adicionaram-se condensado de ácido naftaleno-sulfônico-formaldeído e sulfato de sódio anidro necessário para normalizar a concentração de corante numa composição corante final. Ajustou-se depois o valor de pH da solução corante assim obtida (conteúdo em sólidos de 34,2% em peso) a 5,5. Adicionou-se depois 0,23 partes em peso (correspondente a 0,1% em peso com base no componente corante) de uma mistura 7 : 2 : 1 (em peso) constituída por um composto de fórmula (3) em que R era $-\text{CH}_2-\underset{\text{C}_2\text{H}_5}{\text{CH}}-\text{C}_4\text{H}_9$

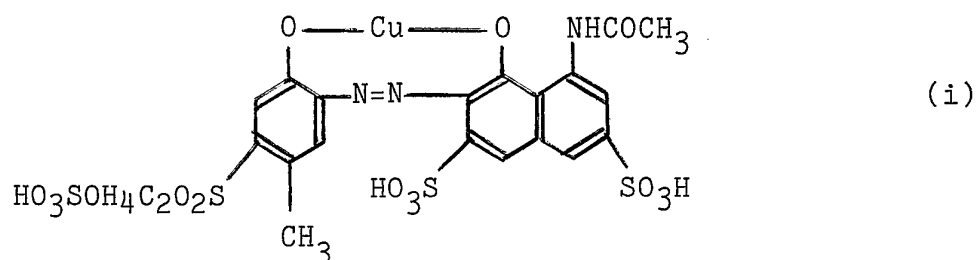
como um agente auxiliar de granulação, um composto representado pela fórmula (4) em que R era $C_{17}H_{33}$ e $u+v+w$ era 20 e um composto representado pela fórmula (5) em que t era 15, ambos como um emulsionante, e fez-se a suspensão. Secou-se por aspersão a suspensão aspergindo-a a partir do bocal superior de um secador por aspersão e o corante granulado e seco foi continuamente descarregado a partir do fundo do secador. Separaram-se depois as partículas finas cujas dimensões de partículas eram inferiores a aproximadamente $60\ \mu m$ e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar.

A composição granular reactiva corante obtida pelo tratamento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades características. Era muito superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía resistência de partícula elevada e boas propriedades de dissolução na água.

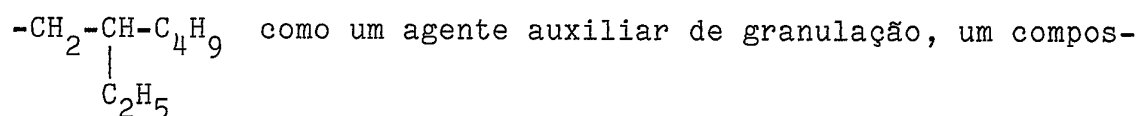
Densidade volúmica	0.45 g/cm ³		
Distribuição de dimensão de partícula	<63 μm	63-250 μm	250-500 μm
	0.7%	79.7%	19.6%
Propriedade de empoeiramento	A-B		
Resistência de partícula	1.0% (<63 μm)		
Conteúdo de água	4.5%		

Exemplo 16

A 1000 partes em peso de uma solução corante aquosa (conteúdo em corante de 13,6% em peso) contendo um corante representado pela fórmula (i) seguinte na forma de ácido livre:



adicionaram-se condensado de ácido naftaleno-sulfônico-formaldeído e sulfato de sódio anidro necessários para a normalização da concentração de corante numa composição corante final. Ajustou-se depois o valor de pH da solução corante assim obtida (conteúdo em sólidos de 26,9% em peso) a 5,7. Adicionaram-se depois 0,14 partes em peso (correspondente a 0,1% em peso com base no componente corante) de uma mistura 7 : 2 : 1 (em peso) constituída por um composto de fórmula (3) em que R era



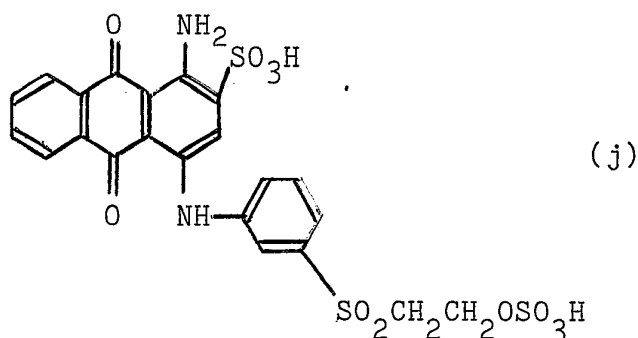
como um agente auxiliar de granulação, um composto representado pela fórmula (4) em que R era $\text{C}_{17}\text{H}_{33}$ e $u+v+w$ era 20 e um composto representado pela fórmula (5) em que t era 20, ambos como um emulsionante, e fez-se uma suspensão. Secou-se por aspersão a suspensão aspergindo-a a partir do bocal superior de um secador por aspersão e o corante granulado e seco foi continuamente descarregado a partir do fundo do secador. Separaram-se depois as partículas finas cuja dimensão de partícula era inferior a aproximadamente 60 μm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar.

A composição granular reactiva corante obtida pelo tratamento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades características. Era muito superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía resistência de partícula elevada e boas propriedades de dissolução na água.

Densidade volumica	0.50 g/cm ³						
Distribuição da dimensão de partícula	<table><tr><td><63 μm</td><td>63-250 μm</td><td>250-500 μm</td></tr><tr><td>0.6%</td><td>83.3%</td><td>16.1%</td></tr></table>	<63 μm	63-250 μm	250-500 μm	0.6%	83.3%	16.1%
<63 μm	63-250 μm	250-500 μm					
0.6%	83.3%	16.1%					
Propriedade de empoeiramento	A-B						
Resistência de partícula	0.9% (<63 μm)						
Conteúdo de água	4.8%						

Exemplo 17

A 1000 partes em peso de uma solução corante aquosa (conteúdo em corante de 27,5% em peso) contendo um corante representado pela fórmula (j) na forma de ácido livre:



adicionou-se sulfato de sódio anidro necessário para a normalização da concentração corante numa composição corante final. ajustou-se depois o valor de pH da solução corante assim obtida (conteúdo em sólidos de 42,9% em peso) a 5,7. Adicionaram-se depois 0,7 partes em peso (correspondente a 0,13% em peso com base no componente corante) de uma mistura 7 : 2 : 1 (em peso) constituída por um composto de fórmula (3) em que R era

$$-\text{CH}_2-\underset{\text{C}_2\text{H}_5}{\text{CH}}-\text{C}_4\text{H}_9$$
 como um agente auxiliar de granulação, um compos-

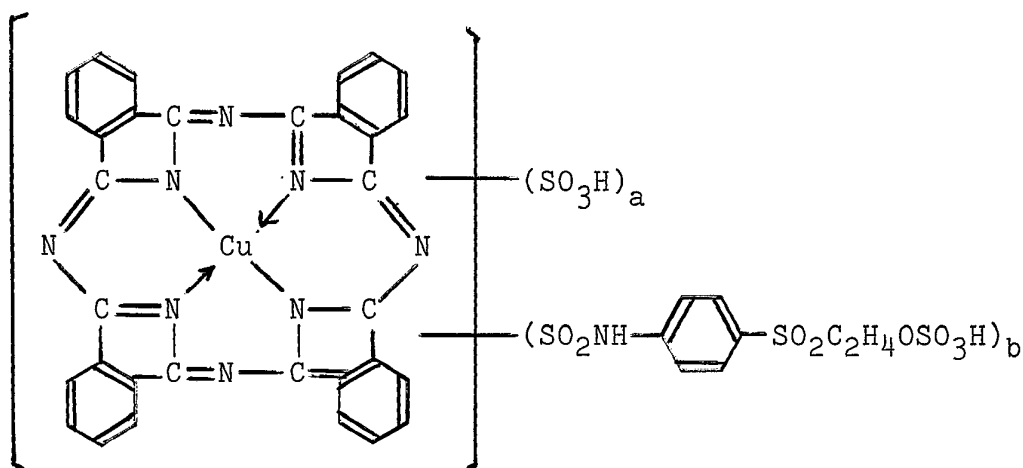
to representado pela fórmula (4) em que R era $\text{C}_{17}\text{H}_{33}$ e $u+v+w$ era 20 e um composto representado pela fórmula (5) em que t era 20, ambos como um emulsionante, e fez-se a sua suspensão. Secou-se por aspersão a suspensão aspergindo-a a partir do bocal superior de um secador por aspersão e descarregou-se continuamente o corante granulado e seco a partir do fundo do secador. Separaram-se depois as partículas finas cuja dimensão de partícula era aproximadamente inferior a 60 μm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar.

A composição granular reactiva corante obtida pelo tratamento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades características. Era muito superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía resistência de partícula elevada e boas propriedades de dissolução em água.

Densidade volúmica	0.61 g/cm ³		
Distribuição da dimensão de partícula	<63 μm	63-250 μm	250-500 μm
	0.3%	93.4%	6.3%
Propriedade de empoeiramento	A		
Resistência de partícula	0.5% (<63 μm)		
Conteúdo em água	6.4%		

Exemplo 18

A 1000 partes em peso de uma solução corante aquosa (conteúdo em corante de 17,5% em peso) contendo um corante representado pela fórmula (k) seguinte na forma de ácido livre:



(a ≥ 1, b ≥ 1, desde que a + b ≤ 4) adicionou-se cloreto de sódio necessário para normalizar a concentração de corante numa composição de corante final. Ajustou-se depois o valor de pH da solução corante assim obtida (conteúdo em sólidos de 36,8% em peso) a 5,7. Adicionaram-se depois 0,2 partes em peso (correspondente a 0,11% em peso com base no componente corante) de uma mistura 7 : 2 : 1 (em peso) constituída por um composto de fórmula (3) em que R era $-\text{CH}_2-\underset{\text{C}_2\text{H}_5}{\text{CH}}-\text{C}_4\text{H}_9$ como um agente auxiliar de

granulação, um composto representado pela fórmula (4) em que R era C₁₇H₃₃ e u+v+w era 20 e um composto representado pela fór-

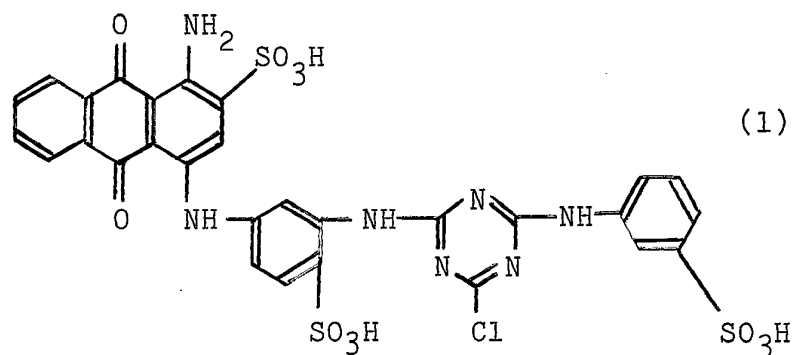
mula (5) em que t era 20, ambos como um emulsionante, e fez-se a sua suspensão. Secou-se por aspersão a suspensão aspergindo-a a partir do bocal superior de um secador por aspersão e descarregou-se continuamente o corante granulado e seco a partir do fundo do secador. Separaram-se depois as partículas finas com uma dimensão de partícula inferior a aproximadamente 60 μm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar.

A composição granular reactiva corante obtida pelo tratamento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades características. Era muito superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía resistência de partícula elevada e boas propriedades de dissolução na água.

Densidade volúmica	0.56 g/cm ³		
Distribuição de dimensão de partícula	<63 μm	63-250 μm	250-500 μm
	0.4%	81.2%	18.4%
Propriedade de empoeiramento	A-B		
Resistência de partícula	0.9% (<63 μm)		
Conteúdo de água	6.8%		

Exemplo 19

A 1000 partes em peso de uma solução corante aquosa (conteúdo em corante de 16,9% em peso) contendo um corante representado pela fórmula (1) seguinte na forma de ácido livre:





adicionaram-se fosfato secundário de sódio, condensado de ácido naftaleno-sulfônico-formaldeído e sulfato de sódio anidro necessários para normalizar a concentração de corante numa composição corante final. Ajustou-se depois o valor do pH da solução corante assim obtida (conteúdo em sólidos de 22,3% em peso) a 7,7. Adicionaram-se depois 0,7 partes em peso (correspondente a 0,28% em peso com base no produto seco) de uma mistura 7 : 2 : 1 (em peso) constituída por um composto de fórmula (3) em que R era $-\text{CH}_2-\underset{\text{C}_2\text{H}_5}{\text{CH}}-\text{C}_4\text{H}_9$ como um agente auxiliar de granula-

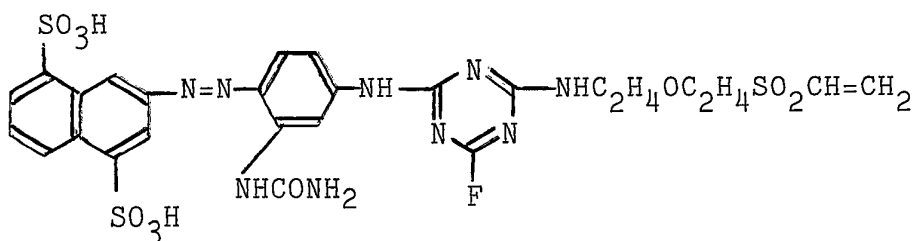
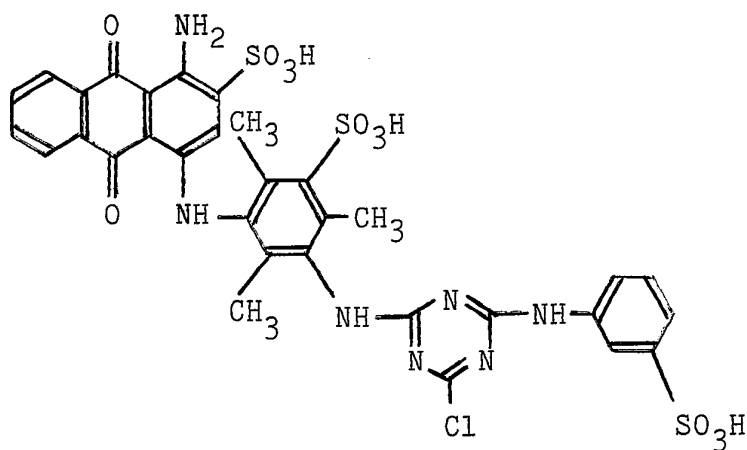
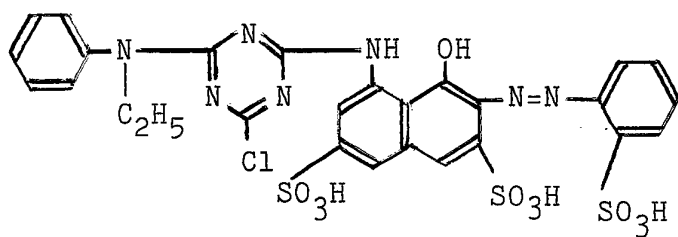
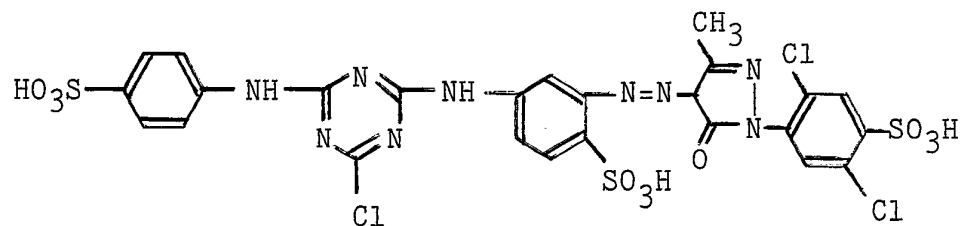
ção, um composto representado pela fórmula (4) em que R era $\text{C}_{17}\text{H}_{33}$ e $u+v+w$ era 20 e um composto representado pela fórmula (5) em que t era 20, ambos como um emulsionante, e fez-se a sua suspensão. Secou-se por aspersão a suspensão aspergindo-a a partir do bocal superior de um secador por aspersão e descarregou-se continuamente o produto seco e granulado do fundo do secador. Separaram-se depois as partículas finas com uma dimensão de partícula aproximadamente inferior a 60 μm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar.

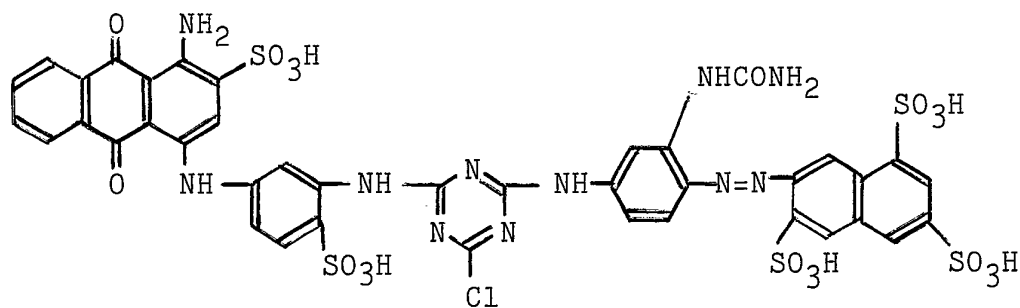
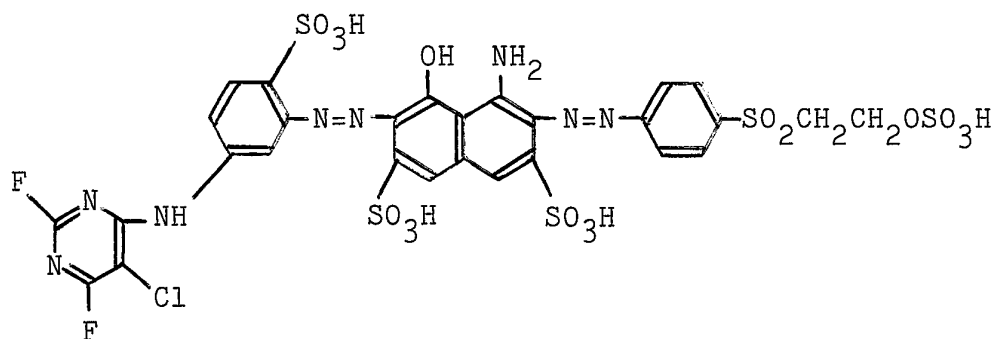
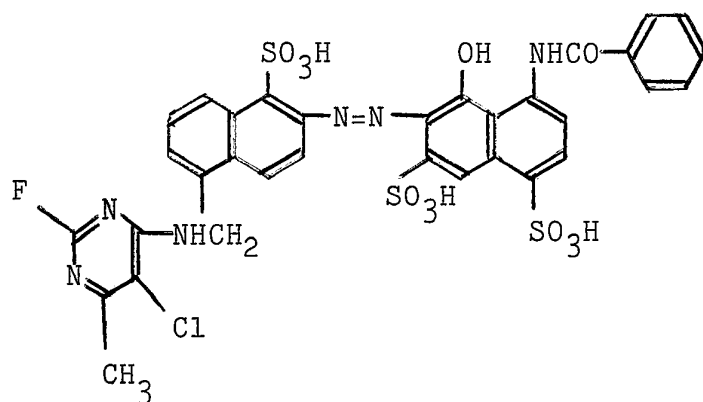
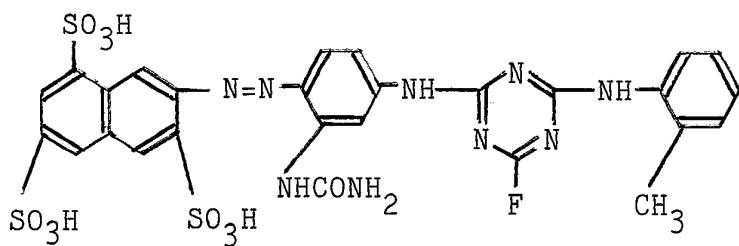
A composição granular reactiva corante obtida pelo tratamento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades características. Era muito superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía resistência de partícula elevada e boas propriedades de dissolução na água.

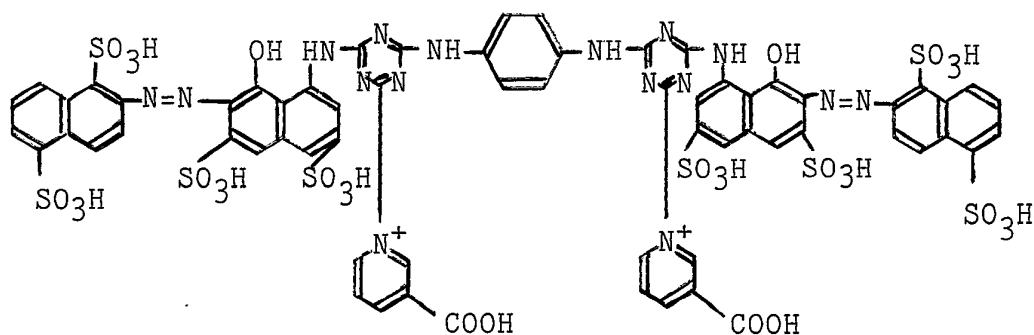
Densidade volúmica	0.55 g/cm ³		
Distribuição de dimensão de partícula	<63 μm	63-250 μm	250-500 μm
	0.5%	92.1%	7.4%
Propriedade de empoeiramento	A-B		
Resistência de partícula	0.9% (<63 μm)		
Conteúdo de água	6.8%		

Exemplo 20

Utilizando métodos iguais aos métodos dos Exemplos 1 a 19, granularam-se os corantes reativos representados pelas fórmulas seguintes na forma de ácido livre para se obterem as composições granulares pretendidas.

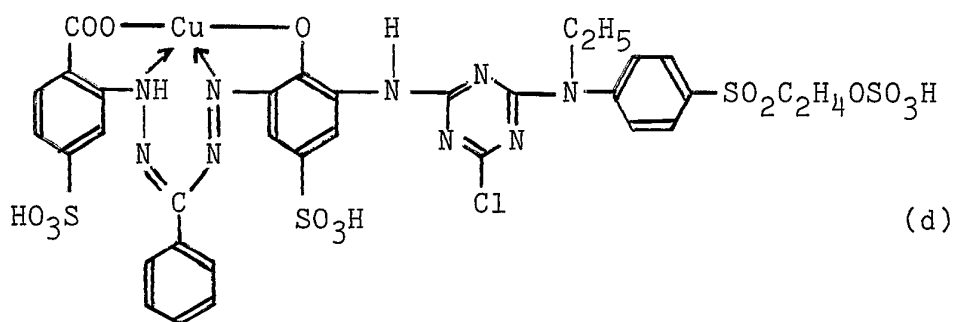






Exemplo 21

A 1000 partes em peso de uma solução aquosa corante (conteúdo em corante de 11,0% em peso) contendo um corante representado pela fórmula (d) seguinte na forma de ácido livre:



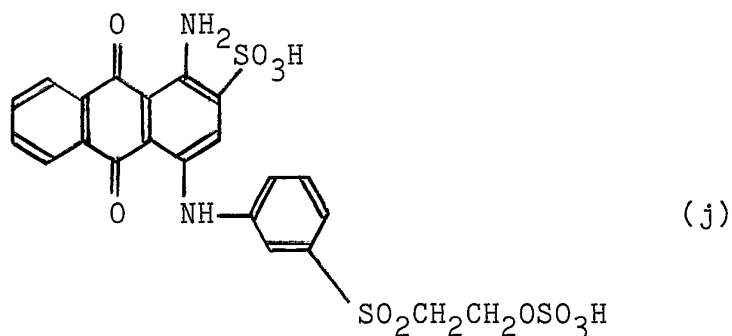
adicionaram-se fosfato primário de sódio e condensado de ácido naftaleno-sulfônico-formaldeído. Ajustou-se depois o valor do pH da solução corante assim obtida (conteúdo em sólidos de 18,2 % em peso) a 5,8. Adicionaram-se depois 0,1 partes em peso (correspondente a 0,09% em peso com base no componente corante) de uma mistura 7 : 2 : 1 (em peso) constituída por um composto de fórmula (3) em que R era $-C_{17}H_{33}$ como um agente auxiliar de granulação, um composto representado pela fórmula (4) em que R era $C_{17}H_{33}$ e $u+v+w$ era 22 e um composto representado pela fórmula (5) em que t era 30, ambos como um emulsionante, e fez-se a sua suspensão. Secou-se por aspersão a suspensão aspergindo-a a partir do bocal superior de um secador por aspersão, e a granulação continuou sucessivamente ao mesmo tempo que se formava uma camada fluidizada de partículas secas na parte inferior do secador. As partículas de corante granuladas cuja dimensão ex-

cedia um valor pré-determinado eram continuamente descarragadas por intermédio de um alimentador de parafuso. Separaram-se depois as partículas finas cuja dimensão de partícula era aproximadamente inferior a 60 μm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar. A composição corante reactiva granular obtida pelo tratamento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades características. Era muito superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía resistência de partícula elevada e boas propriedades de dissolução na água.

Densidade volúmica	0.51 g/cm ³						
Distribuição de dimensão de partícula	<table><tr><td><63 μm</td><td>63-250 μm</td><td>250-500 μm</td></tr><tr><td>0.6%</td><td>79.6%</td><td>9.8%</td></tr></table>	<63 μm	63-250 μm	250-500 μm	0.6%	79.6%	9.8%
<63 μm	63-250 μm	250-500 μm					
0.6%	79.6%	9.8%					
Propriedade de empoeiramento	A-B						
Resistência de partícula	0.9% (<63 μm)						
Conteúdo de água	6.3%						

Exemplo 22

A 1000 partes em peso de uma solução corante aquosa (conteúdo em corante de 27,5% em peso) contendo um corante representado pela fórmula (j) seguinte na forma de ácido livre:



adicionou-se sulfato de sódio anidro necessário para normalizar a concentração de corante numa composição de corante final. Ajustou-se depois o valor de pH da solução corante assim obtida (conteúdo em sólidos de 42,9% em peso) a 5,7. Adicionaram-se de-



pois 0,7 partes em peso (correspondente a 0,13% em peso com base no produto seco) de uma mistura 7 : 2 : 1 (em peso) constituída por um composto de fórmula (3) em que R era C_9H_{19} como um agente auxiliar de granulação, um ocmposto representado pela fórmula (4) em que R era $C_{17}H_{33}$ e $u+v+w$ era 20 e um composto representado pela fórmula (5) em que $\bar{t}$ era 20, ambos como um emulsionante, e fez-se a sua suspensão. Secou-se por aspersão a suspensão aspergindo-a a partir do bocal superior de um secador por aspersão. Descarregou-se continuamente o produto granulado seco a partir do fundo do secador. Separaram-se depois as partículas finas com dimensão de partícula inferior a aproximadamente 60 μm e rejeitaram-se por intermédio de um classificador de ar.

A composição granular reactiva corante obtida pelo tratamento anteriormente referido possuía as seguintes propriedades características. Era muito superior na propriedade anti-empoeiramento, possuía resistência de partícula elevada e boas propriedades de dissolução na água.

Densidade volúmica	0.58 g/cm ³		
Distribuição de dimensão de partícula	<63 μm	63-250 μm	250-500 μm
	0.5%	92.7%	6.8%
Propriedade de empoeiramento	A-B		
Resistência de partícula	0.8% (<63 μm)		
Conteúdo de água	6.2%		

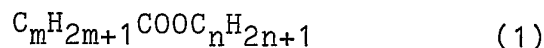
REIVINDICAÇÕES

- 1ª -

Processo para a preparação de uma composição granular reactiva corante caracterizado por se submeter a granulação por secagem uma composição aquosa incorporando um corante reactivo e pelo menos um agente auxiliar de granulação seleccionado no grupo constituido pelos compostos seguintes (a) a (d),

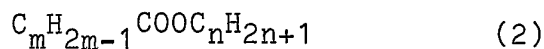
(a) óleo corante vermelho

(b) um composto representado pela fórmula (1) seguinte,



em que m representa um inteiro entre 10 e 24 e n representa um inteiro entre 1 e 18;

(c) um composto, representado pela fórmula (2) seguinte,



em que m e n são como anteriormente definidos;

(d) um composto representado pela fórmula (3) seguinte,



em que R representa $-C_s H_{2s+1}$ em que s representa um inteiro entre 5 e 20.

- 2ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de a granulação por secagem se efectuar utilizando um secador por aspersão não equipado ou equipado com um leito fluidificado.

- 3ª -

- 42 -



Processo para a preparação de uma composição granular reactiva corante caracterizado por se granular um corante reactivo numa forma pulverizada utilizando água ou um li-gante e aspergindo uma solução ou suspensão aquosa de um agente auxiliar de granulação, de acordo com a reivindicação 1, sobre os grânulos formados, ao mesmo tempo que se submetem os grânulos a secagem.

- 4a -

Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado por se efectuar a granulação, secagem e aspersão utilizando um granulador de leite fluidificado não equipado ou equipado com disco rotativo e agitador.

- 5a -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o corante reactivo ser um corante que possui pelo menos um grupo reactivo com fibras, seleccionado, entre piridina, piridazina, piridazona, pirimidina, s-triazina, quinolina, quinoxalina, quinazolina, ftalazina, benzeno, amida de ácido alcanomonocarboxílico saturado, alquenomonocarbamida, alquenodicarboxi-amida, vinilsulfamida, etil-sulfona ou vinil-sulfona β -saturada.

- 6a -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o corante reactivo ser um corante que possui entre 1 e 3 grupos reactivos com fibras, representados pelas fórmulas (I) ou (II) seguintes,



em que Z representa um grupo susceptível de ser separado por

acção de um composto alcalino.

- 7a -

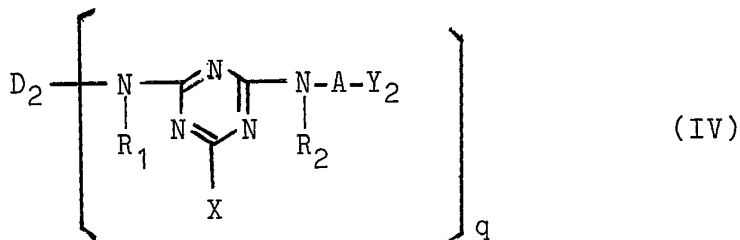
Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado por o corante reactivo ser representado pela fórmula (III) seguinte,



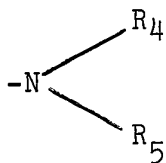
em que D_1 representa um radical corante orgânico possuindo um grupo sulfo, Y_1 representa $-SO_2CH=CH_2$ ou $-SO_2CH_2CH_2Z_1$ em que Z_1 representa um grupo susceptível de ser dividido pela acção de um alcali e p representa um inteiro entre 1 e 3.

- 8a -

Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado por o corante reactivo ser representado pela fórmula (IV) seguinte



em que D_2 representa um radical corante orgânico possuindo um grupo sulfo, R_1 e R_2 representam, individual e independentemente, hidrogénio ou um grupo alquilo facultativamente substituído, A representa um grupo fenileno ou naftileno facultativamente substituído, X representa um átomo de halogéneo, um grupo piridínio facultativamente substituído ou um grupo representado pela fórmula seguinte



em que R_4 e R_5 representam, individual e independentemente, hidrogénio ou um grupo alquilo, fenilo, benzilo, ou naftilo facultativamente substituídos, Y_2 representa $-SO_2CH=CH_2$ ou $-SO_2CH_2CH_2Z_2$ em que Z_2 representa um grupo susceptível de ser dividido pela acção de um composto alcalino e q representa um inteiro entre 1 e 3.

- 9a -

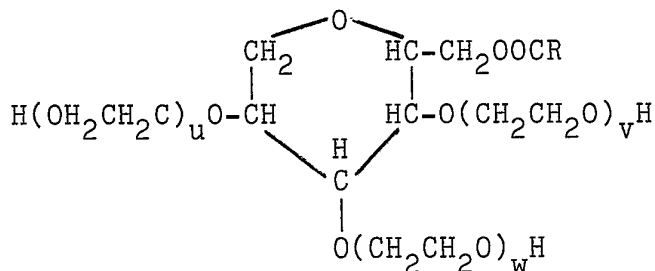
Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o agente auxiliar de granulação ser óleo corante vermelho.

- 10a -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o agente auxiliar de granulação ser pelo menos um elemento seleccionado no grupo constituído por compostos representados pelas fórmulas (1), (2) e (3).

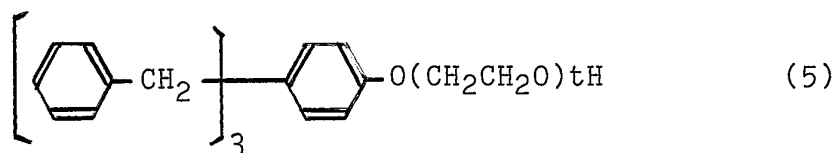
- 11a -

Processo de acordo com a reivindicação 10, caracterizado por o agente auxiliar de granulação conter pelo menos um emulsionante seleccionado no grupo constituído pelos compostos representados pelas fórmulas (4) e (5) seguintes, sendo a fórmula (4)



em que R representa um grupo alifático saturado ou insaturado possuindo entre 7 e 23 átomos de carbono e u, v e w representam

inteiros que satisfazem a condição $u+v+w=10$ a 30, e sendo a fórmula (5)



em que t representa um inteiro entre 5 e 50.

- 12ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o conteúdo de agente auxiliar de granulação ser 5 partes em peso ou menos por 100 partes em peso do corante reactivo.

- 13ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por cada grânulo possuir partículas de dimensões que variam aproximadamente entre 60 μm e 1 000 μm .

- 14ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a composição possuir uma densidade específica entre 0,4 e 1 g/cm^3 .

A requerente reivindica as prioridades dos pedidos japoneses apresentados em 9 de Outubro de 1990 e em 23 de Julho de 1991, sob os N.ºs. 02-271302 e 03-182363, respectivamente.

Lisboa, 8 de Outubro de 1991.

REPÚBLICA PORTUGUESA, MINISTÉRIO DA SAUDE, DIRECÇÃO GERAL DE REGISTO DE MEDICAMENTOS





RESUMO

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE COMPOSIÇÕES GRANULARES REACTIVAS CORANTES"

A invenção refere-se a um processo para a preparação de uma composição granular reactiva corante que compreende submeter-se a granulação por secagem uma composição aquosa incorporando um corante reactivo e pelo menos um agente auxiliar de granulação seleccionado no grupo constituído pelos compostos seguintes (a) a (d),

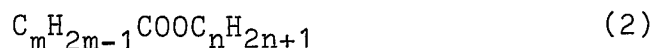
(a) óleo corante vermelho

(b) um composto representado pela fórmula (1) seguinte,



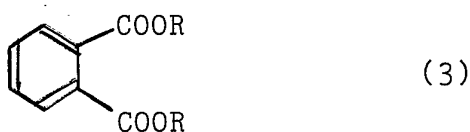
em que m representa um inteiro entre 10 e 24 e n representa um inteiro entre 1 e 18;

(c) um composto representado pela fórmula (2) seguinte,



em que m e n são como anteriormente definidos;

(d) um composto representado pela fórmula (3) seguinte,



em que R representa $-C_sH_{2s+1}$ em que s representa um inteiro entre 5 e 20.