

(11) Número de Publicação: **PT 1300514 E**

(51) Classificação Internacional:
D21H 21/30 (2007.10) **D21H 21/32** (2007.10)
C11D 3/42 (2007.10)

(12) FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO

(22) Data de pedido: 2002.09.23	(73) Titular(es): KEMIRA OYJ	
(30) Prioridade(s): 2001.10.05 DE 10149313	PORKKALANKATU 3 SF-00180 HELSINKI	FI
(43) Data de publicação do pedido: 2003.04.09	(72) Inventor(es):	
(45) Data e BPI da concessão: 2008.08.13 228/2008	ROLF BROCKMANN	DE
	ERWIN BACHER	DE
	HEINZ GIESECKE, DR.	DE
	REINER GOTTSCHALK	DE
	PETER-ROGER NYSSSEN	DE
	(74) Mandatário:	
	PEDRO DA SILVA ALVES MOREIRA	
	RUA DO PATROCÍNIO, N.º 94 1399-019 LISBOA	PT

(54) Epígrafe: **UTILIZAÇÃO DE PREPARAÇÕES AQUOSAS DE BRANQUEAMENTO PARA
BRANQUEAR MATERIAIS NATURAIS E SINTÉTICOS**

(57) Resumo:

DESCRIÇÃO

"UTILIZAÇÃO DE PREPARAÇÕES AQUOSAS DE BRANQUEAMENTO PARA BRANQUEAR MATERIAIS NATURAIS E SINTÉTICOS"

A invenção refere-se à utilização de preparações aquosas de branqueadores ópticos para o branqueamento de papel.

O branqueamento óptico de papel é aplicado na pasta de papel, na prensa de aplicação ou prensa de película e no revestimento de papel. No branqueamento, em especial de papel na pasta de papel, têm hoje em dia de ser tomados em consideração cada vez mais aspectos ecológicos, por exemplo, no sentido de evitar cargas de águas residuais orgânicas e aspectos económicos, por exemplo, no sentido de processos com custos favoráveis. O estado da técnica consiste na utilização de formulações líquidas de branqueamento, seja na forma de soluções ou de suspensões, designadas também de suspensões químicas ou lamas.

São utilizados, de um modo preferido, branqueadores de estilbeno contendo grupos sulfo ou carboxílicos, em especial branqueadores de triazinilestilbeno, que se distinguem frequentemente, por um lado, através de uma boa substantividade, mas por outro lado, porém, caracterizam-se correspondentemente através de uma solubilidade limitada em água fria. Em soluções aquosas puras tendem a precipitar em cristais já a baixas concentrações e à temperatura ambiente ($< 40^{\circ}\text{C}$). Soluções aquosas estáveis ao armazenamento, como são descritas, por exemplo, no documento DE-A-2928053 contêm por isso,

adicionalmente, quantidades consideráveis de agentes de fixação promotores de solubilidade, como por exemplo, ureia e/ou solventes orgânicos, como por exemplo polialquilenoglicóis.

No documento DE-A-2715864 são por isso descritos como vias de solução, "suspensões químicas", ou seja suspensões de branqueadores ópticos, que são preparadas através da mistura dos bolos de branqueador da prensa humidificados com água com agentes dispersantes e eventualmente adição de electrólitos, agentes extensores (ureia, etc.) bem como agentes gelificantes. Estas suspensões químicas não são contudo, como é publicado no documento EP-A-385374, estáveis à sedimentação por longos períodos de tempo. No documento EP-A-385374 são por isso descritas suspensões aquosas dos branqueadores ópticos na forma dos seus ácidos livres ou seus sais para serem utilizadas em agentes de lavagem líquidos, que são estabilizadas contra a sedimentação através da adição de um polissacarídeo aniónico (agente de espessamento). De forma similar são descritos no documento EP-A-835906 para aplicação em papel, formulações dos ácidos livres dos branqueadores ópticos contendo compostos polihidroxílicos aniónicos. Estas suspensões possuem, porém, ainda desvantagens no que diz respeito à sua utilização económica, em especial para o branqueamento de papel na pasta. Assim, os cristais de branqueador têm de ser submetidos a uma moagem húmida até um tamanho de partícula de $<20\text{ }\mu\text{m}$, em especial de $<10\text{ }\mu\text{m}$, sendo a solubilidade em água atingida, eventualmente apenas após adição de agentes alcalinos.

Adicionalmente, o documento DE-A-2715864 descreve as vantagens relativamente ao comportamento do pó das suspensões químicas relativamente aos pós secos, que são preparados através de secagem e moagem dos bolos de prensa humidificados com água.

No documento DE-A-3523207 são descritas preparações de branqueador sólido com baixo teor em pó para serem aplicadas em banhos de coloração têxtil, que são obtidas através de mistura de uma formulação de branqueador óptico seco por aspersão com um éster de ácido carboxílico ou um éster de poliol de ácido gordo aromáticos, e que se distinguem através de uma boa solubilidade em água quente (80 °C). Este tipo de soluções não são contudo estáveis por longos períodos de tempo em elevadas concentrações contra a precipitação de cristais.

O documento WO-A-0119804 refere-se a novos compostos de ácido 4,4'-diaminoestilbeno-2,2'-dissulfónico de uma fórmula específica, que se adequam como branqueadores fluorescentes. Os documentos EP-A-0825188 e EP-A-0808837 referem-se igualmente de forma respectiva a compostos de ácido diaminoestilbeno-dissulfónico de uma fórmula específica, que se adequam como branqueadores fluorescentes e que são utilizados em especial para aumentar o factor de protecção solar de têxteis.

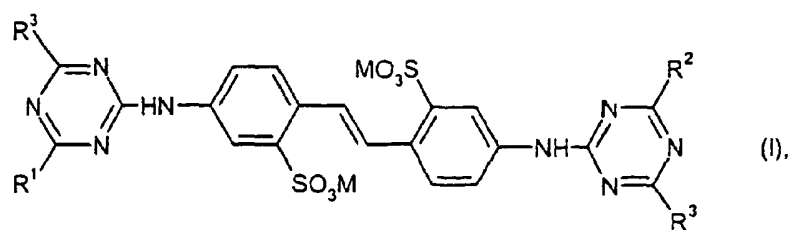
É comum a todos os métodos de aplicação de branqueadores ópticos em papel o facto de serem utilizadas preparações dos branqueadores ópticos, que são ajustadas para uma estabilidade suficiente e para a utilização à temperatura normal e que a par da "substância activa" do próprio branqueador óptico ainda precisam de outros agentes auxiliares indesejados para o processo do papel. Assim, suspensões e suspensões químicas requerem, em geral, agentes dispersantes e estabilizadores orgânicos, preparações sólidas requerem frequentemente extensores e/ou agentes de despulverização. Soluções conhecidas de branqueadores ópticos que tenham estabilidade suficiente para longos períodos de tempo à temperatura normal estão limitadas no que diz respeito à sua concentração a aproximadamente 20% e

requerem uma grande quantidade de agente de fixação e/ou co-solvente.

Foi agora verificado de forma surpreendente, que preparações aquosas de branqueamento, em especial soluções de branqueadores ópticos, deixam-se introduzir em água de forma consideravelmente mais fácil e rápida a uma temperatura de 40 °C até 98 °C em comparação com preparações sólidas. As preparações aquosas a serem utilizadas, de acordo com a invenção, apresentam de um modo preferido um elevado teor em branqueador óptico, estando, de um modo preferido, substancialmente livres de componentes orgânicos indesejados e de um modo preferido livres de partículas de branqueador cristalinas, em especial as suas formas hidratadas. São por isso muito bem adequadas para o branqueamento contínuo e descontínuo de materiais sintéticos ou naturais, de um modo preferido, material fibroso, em especial de papel, na pasta e/ou à superfície.

O objectivo da invenção é por isso a utilização de preparações aquosas de branqueamento com uma temperatura de 40-98 °C para a introdução numa mistura aquosa de pasta química, pasta de revestimento de papel e/ou banho de aplicação ou banho de prensagem de película para o branqueamento óptico de papel contendo

- a) 15 - 85% em peso, em especial 20 - 65% em peso de pelo menos um branqueador óptico solúvel em água do grupo dos diestilbenos ou dos triazinilflavonatos da fórmula geral (I)



em que

R^1 , R^2 e R^3 independentemente uns dos outros significam fenoxilo; fenoxilo mono ou dissulfonado; fenilamino; fenilamino mono ou dissulfonado; fenilamino substituído com alquilo- C_1-C_3 , ciano, halogéneo, COOR, CONH-R, NH-COR, SO_2NH-R , O-R; morfolino; piperidino; pirrolidino; alquilo- OC_1-C_4 ;

-NH(alquilo- C_1-C_4); -N(alquilo- C_1-C_4)₂; -NH-alquilenos- C_2-C_4 -OR;

-N(hidroxialquilo- C_2-C_4)₂; -NH-alquilenos- C_2-C_4 -O-alquilenos- C_2-C_4 -OR;

um aminoácido ou amida de aminoácido, de cujo grupo amino foi removido um átomo de hidrogénio;

-NHCH₂CH₂OH; -N(CH₂CH₂OH)₂; -N(CH₃)(CH₂CH₂OH); -NH₂; -OCH₃;

-S-alquilo- C_1-C_4 ; arilo-S; -Cl; -NH-CH₂CH₂SO₃H;

-N(CH₂CH₂SO₃H)₂; ou

-N(CH₂CH₂OH)CH₂CH₂CONH₂, e

R significa H ou alquilo- C_1-C_3 e M o resíduo de um sal alcalino, alcalinoterroso, de amónio ou amina.

De um modo preferido a preparação contém

b) 85-15% em peso de água.

De um modo preferido a temperatura da preparação é de 60 - 95°C.

No âmbito deste pedido entende-se por „solúvel em água“ uma solubilidade >0,1 g/L, de um modo preferido, >1 g/L, em especial >5 g/L a 20 °C.

Numa forma preferida de execução a preparação de branqueamento consiste em mais de 90% em peso, de um modo preferido, em mais de 95% em peso, de um modo especialmente preferido, em mais de 98% em peso nos componentes a) e b).

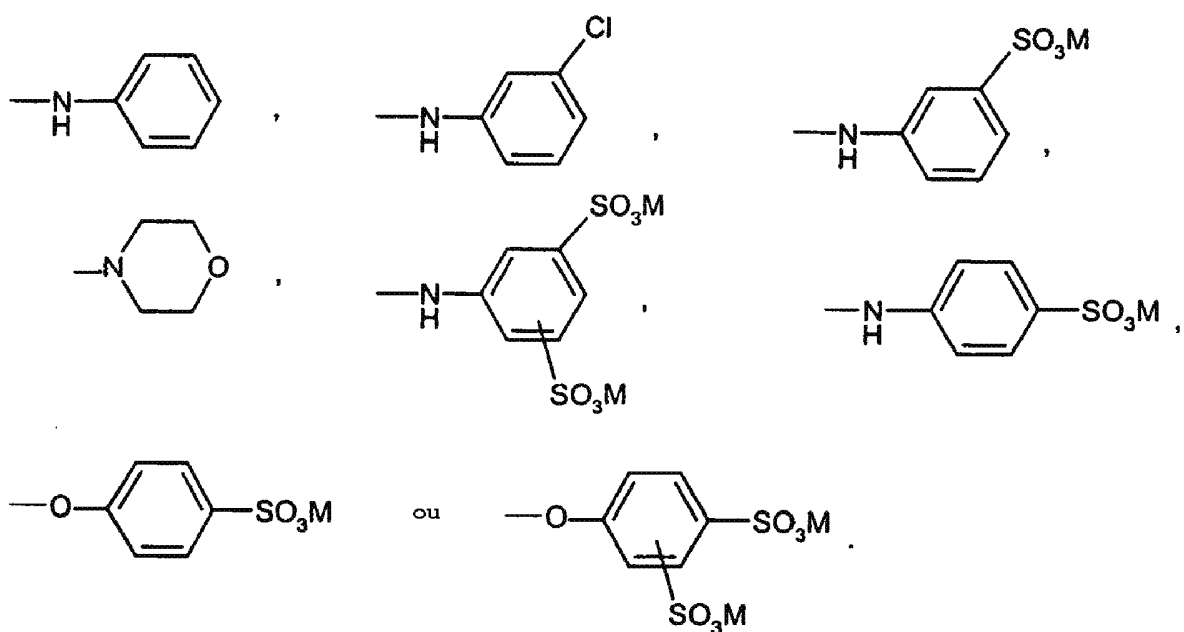
As preparações aquosas de branqueamento são em geral líquidas.

Os branqueadores ópticos do componente a) são de um modo preferido branqueadores aniónicos ou catiónicos. Aqui tratam-se em especial de branqueadores do grupo dos branqueadores contendo grupos sulfo e/ou carboxílicos, significando $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$; $-\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$; $-\text{N}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})$; $-\text{NH}_2$; $-\text{OCH}_3$; $-\text{S}$ -alquilo- $\text{C}_1\text{-C}_4$; arilo-S; $-\text{Cl}$; $-\text{NH-CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_3\text{H}$; $-\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_3\text{H})_2$; ou $-\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CONH}_2$, e

R significa H ou alquilo- $\text{C}_1\text{-C}_3$ e M o resíduo de um sal alcalino, alcalinoterroso, de amónio ou amina. De entre os iões de sal de amina são preferidos tais da fórmula $\text{H}^+\text{NR}^4\text{R}^5\text{R}^6$, nos quais R^4 , R^5 e R^6 independentemente uns dos outros significam hidrogénio, alquilo, alcenilo, hidroxialquilo, cianoalquilo, halogenoalquilo ou fenilalquilo ou em que R^4 e R^5 em conjunto representam parte de um heterociclo de azoto saturado de 5 até 7

membros, que ainda adicionalmente pode conter um átomo de azoto ou átomo de oxigénio como membro do anel, por exemplo, um anel de piperidina, piperazina, pirrolidina, imidazolina ou morfolina, enquanto R^6 significa hidrogénio.

Em especial, R^1 , R^2 e R^3 independentemente uns dos outros, significam $-NH_2$, $-NH-CH_3$, $-NH-C_2H_5$, $-N(CH_3)_2$, $-N(C_2H_5)_2$, $-NH-CH_2CH_2OH$, $-NH$ -hidroxialquilo- C_2-C_4 , $-N$ (hidroxialquilo- C_2-C_4) $_2$, $-NH-CH_2CH_2SO_3H$; $-NH-CH_2-CH_2-O-CH_2-CH_2-OH$, $-OCH_3$, $-OCH(CH_3)_2$, $-O-CH_2-CH_2-O-CH_3$, $-N(CH_2-CH_2-OH)_2$, $-N(CH_2-CHOH-CH_3)_2$, morfolino, $-SCH_3$, $-N(CH_2-CH_2-OH)CH_2-CH_2-CONH_2$ bem como um dos seguintes resíduos



Resíduos de aminoácidos preferidos derivam por exemplo de glicina, sarcosina, β -alanina, asparagina ou ácido iminodiacético.

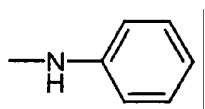
M é de um modo preferido, H, Na, Li, K, Ca, Mg, amónio ou amónio, o qual pode ser mono, di, tri ou tetrassubstituído com alquilo- C_1-C_4 , hidroxialquilo- C_2-C_4 ou uma mistura destes.

De um modo preferido os branqueadores ópticos encontram-se na forma dos seus sais, em especial como sais de Na ou K.

São especialmente preferidos branqueadores ópticos da fórmula (I), em que

R^1 e R^2 significam $-N(CH_2-CH_2-OH)_2$ e

R^3 significa



e

M tem o significado acima, em especial significa Na^+ ou K^+ .

Os branqueadores ópticos da série dos diestilbenos são descritos, por exemplo, no documento EP-A-0385374.

Os branqueadores catiónicos podem ser obtidos, por exemplo, através de cationização de grupos aniónicos, em especial, contendo grupos sulfo e/ou carboxílicos, por exemplo, por meio de compostos de amónio quaternários poliméricos. Tais branqueadores são descritos, por exemplo, no documento WO-A 9967317.

As preparações aquosas de branqueamento podem conter eventualmente em pequena quantidade outras substâncias auxiliares, de um modo preferido, <10% em peso. Como tais, são de mencionar, por exemplo, agentes auxiliares de formulação como agentes de fixação, agentes tensioactivos e/ou desespumantes, bem como agentes espessantes orgânicos (colóides de protecção),

conservantes e/ou electrólitos. As preparações aquosas de branqueamento contêm de um modo preferido porém, por razões ecológicas, apenas uma pequena proporção de substâncias complementares orgânicas, agentes auxiliares e/ou impurezas, em especial no conjunto menos de 3% em peso em relação ao branqueador do componente a), muito especialmente menos que 1% em peso. De um modo especialmente preferido as preparações aquosas não contêm nenhum co-solvente orgânico.

Como electrólito são de mencionar, cloreto de sódio, sulfato de sódio, carbonato de sódio ou um sal de potássio correspondente ou misturas das substâncias mencionadas. A quantidade em electrólito pode ser menor ou igual a 2% em peso, de um modo preferido, 0,001 até 2% em peso relativamente ao peso total da preparação aquosa, em especial 0,001 até 0,5% em peso.

Em especial as preparações aquosas de branqueamento de acordo com a invenção a serem utilizadas podem conter agentes auxiliares de formulação o componente c), de um modo preferido,

0,1 até 5% em peso relativamente ao componente a) da preparação, de pelo menos um produto de condensação com base em

- A) aromáticos sulfonados
- B) aldeídos e/ou cetonas e eventualmente
- C) um ou vários compostos do grupo dos aromáticos não sulfonados, ureia e derivados de ureia.

Como aromáticos sulfonados do componente A) são entendidos também no âmbito deste pedido, aromáticos sulfometilados. Aromáticos sulfonados preferidos são: ácidos naftalenossulfónicos, ácidos fenolsulfónicos, ácidos di-

hidroxibenzenossulfônicos, éteres ditolílicos sulfonados, 4,4'-di-hidroxidifenilsulfona sulfometilada, difenilmetano sulfonado, bifenilo sulfonado, hidroxibifenilo sulfonado, em especial 2-hidroxibifenilo, terfenilo sulfonado ou ácidos benzenossulfônicos sulfonados.

Como aldeídos e/ou cetonas do componente B) sugerem-se em especial alifáticos, cicloalifáticos bem como aromáticos. São preferidos aldeídos alifáticos, em que se sugerem, de um modo especialmente preferido, formaldeído bem com outros aldeídos alifáticos com 3 até 5 átomos de C.

Como aromáticos não sulfonados do componente C) sugerem-se, por exemplo, fenol, cresol, 4,4'-di-hidroxidifenilsulfona ou di-hidroxidifenilmetano.

Como derivados de ureia podem ser mencionados, por exemplo, dimetilureia, melamina ou guanidina.

Como produto de condensação preferido do componente c) utiliza-se um com base em

- A) pelo menos um aromático sulfonado, seleccionado do grupo dos ácidos fenolsulfônicos, ácidos di-hidroxibenzenossulfônicos, 4,4'-di-hidroxidifenilsulfona sulfometilada, difenilmetano sulfonado, bifenilo sulfonado, hidroxibifenilo sulfonado, em especial 2-hidroxibifenilo, terfenilo sulfonado e ácidos benzenossulfônicos, em especial, ácidos naftalenossulfônicos e éteres ditolílicos sulfonados,
- B) formaldeído e eventualmente

C) um ou vários compostos, seleccionados do grupo do fenol, cresol, 4,4'-di-hidroxidifenilsulfona, dihidroxidifenilmetano, ureia, dimetilureia, melamina e guanidina.

O produto de condensação obtido, de um modo preferido, na condensação possui, de um modo preferido, um grau médio de condensação de 1 até 150, de um modo especialmente preferido de 1 até 20, especialmente de 1 até 5.

Os produtos de condensação do componente c) podem ser utilizados como solução aquosa ou suspensão aquosa ou como substância sólida, por exemplo, como pó ou granulado, de um modo preferido, como pó ou granulado secos por aspersão.

Produtos de condensação do componente c) preferidos apresentam um teor de sal inorgânico abaixo de 10% em peso, de um modo preferido abaixo de 5% em peso, em especial abaixo de 1% em peso, em relação à solução ou suspensão aquosa utilizada do componente ou em relação à substância sólida utilizada do componente c).

É igualmente preferido utilizar produtos de condensação do componente c) deficientes em resíduos monoméricos ou livres de resíduos monoméricos.

Por „deficiente em resíduos monoméricos“ entende-se um teor de resíduos monoméricos menor que 30% em peso, de um modo preferido, menor que 20% em peso, em relação ao produto de condensação, em especial <10% em peso, de um modo preferido, <5% em peso. Por resíduos monoméricos entendem-se neste contexto, os

reagentes utilizados para a preparação do produto de condensação.

Os produtos de condensação deficientes em sal e resíduos monoméricos deste tipo são conhecidos, por exemplo, do documento EP-A 816406.

Os produtos de condensação do componente c) podem ser preparados, por exemplo, em primeiro lugar por se preparar os aromáticos sulfonados do componente A) eventualmente em mistura com aromáticos não sulfonados do componente C) através da conversão dos aromáticos que lhes estão na base com um agente de sulfonação, de um modo preferido, ácido sulfúrico, em especial ácido sulfúrico concentrado, ácido clorossulfónico, ácido amidossulfónico ou ácido sulfúrico fumante.

Para 1 mole do aromático que está na base do componente A) são utilizados, de um modo preferido, 0,4 até 3,2 mole, em especial 0,8 até 1,6 mole de agente de sulfonação.

De seguida decorre a condensação com aldeídos e/ou cetonas do componente B), de um modo preferido, formaldeído, eventualmente em conjunto com outros compostos do componente C). A condensação decorre, de um modo preferido, em solução aquosa a um valor de pH de 0 até 9. Aqui, são utilizados de um modo preferido por mole do armático sulfonado A) ou por mole de uma mistura de aromáticos sulfonados do componente A) e aromáticos não sulfonados do componente C), 0,4 até 1,5 mole, em especial, 0,4 até 1,0 mole do componente B).

Segue-se a isto, eventualmente, a neutralização do produto de condensação de ácidos sulfônicos do componente c) com uma base.

A separação do ácido inorgânico ou dos seus sais bem como a diminuição do teor de resíduos monoméricos pode ser efectuada por exemplo por meio de processos de separação de membrana. Como processos de separação de membrana preferidos sugerem-se aqui a ultrafiltração, a diálise de difusão ou electrodialise.

As membranas utilizadas nos processos de separação de membrana, de um modo preferido, na ultrafiltração possuem numa forma preferida de execução um *cut-off* de peso molecular (MWCO) de 1000 até 10000 Dalton.

A separação do ácido inorgânico com auxílio de um processo de separação de membrana decorre, de um modo preferido, pela via da diafiltração com ultra ou nanomembranas de filtração estáveis a ácidos no modo de filtração em corrente axial. Como membranas adequadas são de mencionar aqui, por exemplo, membranas de polihidantoína, como são conhecidas do documento EP-A-652044.

As membranas preferidas para este fim possuem um nível de MWCO de 2000 até 10000 Dalton. Eventualmente neste passo do processo ocorre em simultâneo uma concentração.

Além disso, as preparações aquosas de branqueamento podem ainda conter agentes espessantes orgânicos.

Como agentes espessantes adequados são de mencionar tais do grupo dos polímeros orgânicos solúveis em água aniônicos ou não

iónicos. São especialmente preferidos agentes espessantes orgânicos que possuam uma solubilidade em água de >100 g/L.

De um modo preferido é utilizado como agentes espessante orgânico um composto cuja solução aquosa a 4% a 20 °C apresente uma viscosidade de ≥ 2 mPa.s.

Agentes espessantes orgânicos preferidos são compostos seleccionados dos grupos seguintes:

- dextrinas ou ciclodextrinas,
- amido e derivados de amido, em especial amido decomposto ou parcialmente decomposto,
- compostos poli-hidroxicílicos aniónicos, em especial xantano ou carboximetilcelulose,
- derivados de celulose, como por exemplo, metilcelulose, em especial hidroximetilcelulose, hidroxietilcelulose ou hidroxipropilcelulose,
- polimerisatos de acetato de vinilo parcialmente hidrolisados, de um modo preferido álcool polivinílico, que são hidrolisados em mais de 70% e/ou copolimerisados de álcool vinílico, de um modo preferido, copolímeros de acetato de vinilo e éster de alquilvinilo, que são parcial ou completamente saponificados, bem como o próprio álcool polivinílico,
- polimerisatos de N-vinilpirrolidona, ou copolimerisados com ésteres vinílicos.

De um modo preferido sugerem-se como agentes espessantes, amido, amido derivatizado e em especial amido decomposto.

Amido decomposto é obtido, por exemplo, por se submeter, por exemplo, amido nativo de batata, de trigo, de milho, de arroz ou de tapioca a uma decomposição oxidativa, térmica, enzimática ou hidrolítica. Aqui são preferidas decomposições de amido oxidativas, sendo especialmente preferido amido de batata decomposto oxidativamente com hipoclorito.

Além disso, sugerem-se em especial, dextrinas e ciclodextrinas. Como dextrinas são entendidas, de um modo preferido, dextrinas brancas, dextrinas amarelas bem como maltodextrinas com uma solubilidade em água fria maior que 50% em peso, de um modo preferido, maior que 90%, medido para 10 g em 200 mL de água a 20 °C.

As ciclodextrinas preferidas são tais do tipo α -CD com 6 unidades de glucopirranose, β -CD com 7 unidades de glucopirranose e γ -CD com 8 unidades de glucopirranose, bem como AB, AC, AD-diclosil-CD ramificadas e misturas das dextrinas mencionadas.

Como compostos poli-hidroxílicos aniônicos preferidos sugerem-se polissacarídeos, em especial xantano bem como carboximetilcelulose.

Como derivados de celulose podem se utilizados como agentes espessantes, de um modo preferido, metilcelulose, hidroximetilcelulose, hidroxietilcelulose e hidroxipropilcelulose.

Em especial sugerem-se como agentes espessantes, polimerizados e copolimerizados de acetato de vinilo, pelo menos parcialmente hidrolisados (saponificados), os quais são passíveis de ser completamente dispersáveis em água, de um modo

preferido, são completamente solúveis em água. São preferidos polimerizados e copolimerizados hidrolisados de acetato de vinilo com um grau de hidrólise de 70 até 97%, de um modo preferido de 80 até 92%, com um peso molecular de 1000 até 150000, de um modo preferido de 2000 até 100000 g/mole bem como uma viscosidade de efluxo (determinada numa solução aquosa a 4% a 20 °C) de 2 até 35 mPa.s, de um modo preferido 2 até 10 mPa.s.

São especialmente preferidos álcoois polivinílicos parcialmente hidrolisados bem como o próprio álcool polivinílico.

Por copolimerizados de acetato de vinilo são entendidos como agentes espessantes, em especial copolimerizados de álcool vinílico total ou parcialmente saponificados, em especial, copolímeros de éster alquilvinílico completamente saponificados e acetato de vinilo com uma proporção de éster alquilvinílico de, de um modo preferido, 5 até 20% mole, muito especialmente copolímeros de acetato de alquilvinilo e acetato de vinilo.

Além disso, sugerem-se como agentes espessantes, homo e copolimerizados de N-vinilpirrolidona, que são completamente dispersáveis em água.

O peso molecular dos homo e copolimerizados de N vinilpirrolidona é de 2000 - 1200000, de um modo preferido, 10000 - 150000 g/mole.

São muito especialmente preferidos homopolimerizados de N-vinilpirrolidona, bem como copolimerizados de ésteres vinílicos e metacrilato de Na.

Numa forma de execução especial, as preparações aquosas de branqueamento podem conter inibidores de cristalização, como por exemplo, colesterol, vanilina e/ou compostos do grupo dos terpenos, terpenóides, ácidos gordos e/ou ésteres dos ácidos gordos.

Os branqueadores do componente a) em especial da fórmula geral (I) são conhecidos ou podem ser preparados de acordo com métodos em si conhecidos e são utilizados, em regra, como ácido livre ou como seus sais, de um modo preferido, sais de metais alcalinos.

A preparação da preparação aquosa de branqueamento concentrada decorre, de um modo preferido, através da incorporação em água do bolo de prensa humidificado com água e/ou da forma seca de um composto da fórmula (I) em água, de um modo preferido, água desmineralizada que já possui uma temperatura de 40 - 98 °C ou em água que ainda tem de ser colocada a uma temperatura de 40 até 98 °C. Antes, durante e/ou depois da incorporação podem ser adicionados, eventualmente, os agentes auxiliares e/ou electrólitos mencionados.

Numa forma de execução especialmente preferida, o bolo de prensa humidificado com água do ácido livre de pelo menos um branqueador do componente a) é colocado em água a uma temperatura de 40 - 98 °C, de um modo preferido, 60 - 95 °C e ajusta-se aqui com uma base, de um modo preferido, um hidróxido de metal alcalino, a um pH de 8 - 12, em especial, 8,5 - 10. As preparações aquosas de branqueamento a serem utilizadas, assim obtidas, de acordo com a invenção podem, por exemplo, ser libertadas por meio de filtração por clarificação de componentes não solúveis e produtos secundários indesejados da síntese do

branqueador (por exemplo triazinas). Depois do ajustamento do pH mencionado ou antes ou depois de uma possível filtração de clarificação, as preparações aquosas podem ser ajustadas com água a uma concentração de branqueador desejada, eventualmente em conjunto com as substâncias auxiliares mencionadas.

A utilização de acordo com a invenção é caracterizada por a preparação aquosa de branqueamento com uma temperatura de 40 - 98 °C, eventualmente depois de diluição com água, ser incorporada numa mistura aquosa de pasta química, pasta de revestimento de papel ou banho de aplicação ou banho de prensagem de película.

Numa outra forma de execução preferida as preparações aquosas de branqueamento do componente a) a serem utilizadas de acordo com a invenção podem ser obtidas por se converter a uma solução uma preparação de branqueamento sólida ou o branqueador seco do componente a) com uma base aquosa a uma temperatura de 40 - 98 °C, de um modo preferido 60 - 95 °C, e a um pH de 8 - 12, de um modo preferido, 8,5 - 10, depois do qual pode ser efectuada eventualmente uma filtração de clarificação.

É especialmente preferido um processo para a preparação das preparações aquosas de branqueamento a serem utilizadas de acordo com a invenção, em que o produto de síntese do branqueador do componente a) é convertido directamente na preparação aquosa de branqueamento, sem isolamento do produto de síntese na forma sólida. Para este efeito é eventualmente necessário ajustar o pH e a temperatura do produto de síntese nas gamas acima mencionadas; caso seja necessário pode-se efectuar uma separação de água, aductos em excesso ou produtos secundários da síntese, por exemplo, através de separação de

fase. A preparação aquosa assim obtida pode eventualmente de seguida ser ainda submetida como se descreve acima, em geral, a uma filtração de clarificação a funcionar descontinuamente.

Em lugar da filtração de clarificação as preparações aquosas podem ser também filtrados e eventualmente concentradas por meio de processos contínuos, como por exemplo, processos de micro ou ultrafiltração. Aqui podem, por exemplo, ser eliminados de forma especialmente eficiente os sais ainda contidos e componentes de baixo peso molecular.

De acordo com a invenção as preparações aquosas de branqueamento podem também ser preparadas através da combinação dos processos mencionados.

A utilização de acordo com a invenção das preparações aquosas de branqueamento refere-se ao branqueamento de pastas de papel na preparação de papel („coloração da pasta”), por exemplo, pasta química, pasta mecânica („*chemical and mechanical pulp*”), ao branqueamento das pastas de revestimento utilizadas habitualmente na indústria do papel e em particular o branqueamento de pastas de papel não preenchidas, em especial porém, de pastas de papel preenchidas e pastas de revestimento pigmentadas, bem como o branqueamento em banho de aplicação ou prensagem de película.

Numa forma de execução preferida da utilização de acordo com a invenção a preparação aquosa de branqueamento do momento da sua formulação ou preparação até ser imediatamente incorporada no meio de aplicação ou utilização em diluição eventualmente necessária, é mantida numa gama de temperatura de 40 - 98 °C, isto é, durante a duração do armazenamento e do

transporte. Na utilização de acordo com a invenção é preferido que imediatamente antes da incorporação no meio de aplicação, a preparação de branqueamento possua uma temperatura de 40 - 98 °C. De um modo especialmente preferido a temperatura da preparação aquosa é ajustada de maneira, que ocorra uma solubilização completa do branqueador.

No caso da preparação aquosa solidificar ou precipitar parcial ou totalmente durante o armazenamento ou durante o transporte a temperaturas baixas, é preferido que a temperatura seja aumentada antes da utilização, por exemplo, através de aquecimento do tanque de armazenamento ou contentor de transporte, até o branqueador ficar completamente dissolvido e a preparação aquosa ficar de novo livre de precipitações.

É também descrito, embora não seja reivindicado, que a preparação aquosa de branqueamento seja diluída com água de forma contínua ou descontínua, de um modo preferido continuamente a uma concentração de 0,01 até 40% em peso relativamente ao componente a), em especial 1 - 25% em peso a uma temperatura de 15 - 75 °C, em especial 20 - 55 °C, e a um pH de 6,0 - 12, em especial 6,5 - 11, muito especialmente 6,5 - 9,5, na forma da sua solução, e de seguida ser conduzida à mistura aquosa de pasta química, pasta de revestimento de papel ou banho de aplicação ou banho de prensagem de película. A preparação aquosa de branqueamento de acordo com a invenção pode ser introduzida não diluída na forma da própria preparação aquosa de branqueamento nos meios de aplicação mencionados.

Na coloração da pasta, a própria preparação aquosa de branqueamento ou uma diluição aquosa desta, pode ser adicionada

à pasta de papel em cada passo do processo de preparação de papel antes da secagem.

Por continuamente entende-se, que tanto a preparação aquosa de branqueamento como também um meio aquoso, em geral, água, são introduzidos numa relação desejada, por exemplo, num recipiente de agitação ou numa canalização tubular de forma contínua, e a mistura obtida é introduzida na corrente de substância ou na água de diluição da máquina de papel numa relação desejada.

As pastas de revestimento conhecidas contêm, em geral, como aglutinantes, entre outros, dispersões de material plástico com base em copolimerizados de butadieno-estireno, acrilonitrilo-butadieno-estireno, ésteres de ácido acrílico, cloreto de etileno-vinilo ou acetato de etileno-vinilo ou com base em homopolimerizados, como polivinilpirrolidona, cloreto de polivinilideno, polietileno, acetato de polivinilo ou poliuretanos. Um aglutinante preferido consiste em mistura de polimerizados de acrilato de estireno-butilo ou estireno-butadieno-ácido acrílico. São descritos outros polímeros reticulados, por exemplo, no documento US-A-3265654.

Para a pigmentação das pastas de revestimento servem habitualmente silicatos de alumínio, como por exemplo, argila da China e caolina, além de sulfato de bário, branco satin, dióxido de titânio ou carbonato de cálcio na forma natural ou precipitada.

Estas pastas de revestimento contêm, de um modo preferido, 5 até 75% em peso de pelo menos um pigmento branco. O aglutinante é utilizado, de um modo preferido, numa quantidade que seja suficiente para que o teor seco em composto polimérico

seja 1 até 30% em peso, de um modo preferido, 5 até 25% em peso do pigmento branco. A quantidade da preparação aquosa de branqueamento a ser utilizada de acordo com a invenção calcula-se de maneira que o branqueador do componente a) se encontre numa quantidade de 0,005 até 2% em peso, em especial, 0,01 até 1,5% em peso, em relação ao pigmento branco.

A pasta de revestimento pode, por exemplo, ser preparada por se misturar os componentes numa qualquer sequência a temperaturas de 10 até 100 °C, de um modo preferido, 20 até 80 °C. Fazem parte dos componentes, aqui também as substâncias auxiliares habituais, que podem ser utilizadas para a regulação das características reológicas, como viscosidade ou taxa de retenção de água das pastas de revestimento. Tais substâncias auxiliares são, por exemplo, aglutinantes naturais, como amido, caseína, proteína ou gelatina, éter celulósico, como carboxialquilcelulose ou hidroxialquilcelulose, ácido algínico, alginato, óxido de polietileno ou éter de polietilenoxidialquilo, mistura de polimerizados de óxido de etileno e óxido de propileno, álcool polivinílico, polivinilpirrolidona, produtos de condensação solúveis em água de formaldeído com ureia ou melamina, polifosfatos ou sais de ácido poliacrílico.

As preparações aquosas de branqueamento a serem utilizadas de acordo com a invenção são incorporadas na pasta de revestimento pronta ou em um dos componentes da pasta de revestimento. As preparações aquosas podem aqui ser adicionadas directamente ou igualmente na forma de diluições aquosas. As diluições aquosas são eventualmente preparadas de forma contínua e incorporadas no processo do designado passo intermédio de forma contínua.

A pasta de revestimento pode ser utilizada para revestimento de materiais com base em celulose, em especial, papel, madeira, películas, como por exemplo, celulose, triacetato de celulose, materiais têxteis de algodão, etc.. É especialmente preferida a aplicação em papel, cartolina e cartão bem como papel fotográfico.

A pasta de revestimento pode ser colocada sobre o substrato através de qualquer processo convencional, por exemplo, com um higrómetro, uma espátula, uma escova, um rolo, um raspador ou uma barra, sendo que depois o revestimento é seco, por exemplo, com um secador de infravermelho, secador de ar quente e/ou secador de contacto a temperaturas da superfície do substrato na gama de 60 - 200 °C, de um modo preferido de 90 até 130 °C, até uma humidade residual de 3 até 6% em peso.

Além disso, através da utilização das pastas de revestimento, os revestimentos obtidos distinguem-se por uma distribuição óptima dos branqueadores ópticos sobre toda a superfície e por um aumento conseguido desta forma, do grau de brancura bem como uma elevada luminosidade.

As preparações aquosas de branqueamento a serem utilizadas de acordo com a invenção distinguem-se além disso, por uma série de vantagens. Como preparações líquidas são bem doseáveis, são bem passíveis de armazenamento a uma temperatura de 40 - 98 °C, em especial acima de 60 °C, e podem ser facilmente transportadas e eventualmente armazenadas em recipientes isolados, de um modo preferido, aquecidos, como por exemplo em tanques contentores de rua, também em grandes unidades. Devido à estabilidade muito boa destas preparações pode-se prescindir de tanques com agitação no armazenamento

Elas são de forma muito especial facilmente diluíveis em água a pH acima de 6,5 e a uma temperatura de 15 - 55 °C, em especial em água fria, em quaisquer concentrações e formam aqui imediatamente misturas sem resíduos, de um modo preferido soluções, que nas gamas de temperatura e pH mencionadas, são estáveis por um período de tempo suficiente para a manipulação. Em especial são estáveis as diluições aquosas com um teor de 0,01 - 15% em peso ao pH e na gama de temperatura mencionados, durante um período de tempo de pelo menos 1 hora.

As preparações aquosas de branqueamento podem ser utilizadas para aplicação sobre superfícies em banhos de aplicação habituais para prensas de aplicação ou prensagem de películas, sendo aqui adicionadas em porções ou de modo contínuo na forma das próprias preparações aquosas ou diluições preparadas destas.

Exemplo 1

Num reactor A foram introduzidos 700 mL de água e 10 g de sal e agitou-se 10 minutos. De seguida adicionou-se sob agitação 1,0 g de um poliéter de álcool isodecílico, 6 mole de óxido de etileno e 8 mole de óxido de propileno e arrefeceu-se a aproximadamente 10 °C.

Introduziu-se sob agitação 100 g de cloreto de cianúrico (0,542 mole), lavou-se posteriormente com 100 mL de água e agitou-se a suspensão até o pH cair a 4,5.

A isto titulou-se uma solução aquosa arrefecida a 10 °C que continha em 1200 mL, 0,3 mole de sal dissódico de ácido 4,4'-

diaminoestilbeno-2,2'-dissulfónico e 0,3 mole de carbonato de sódio, em que se deixou subir a temperatura da mistura reacção a 18 °C. Para a adição utilizou-se um titulador automático, o qual se ajustou ao valor limite superior de pH 4,5.

Teoricamente puderam ser utilizados 1084 mL. O produto final da reacção foi conseguido quando menos de 5 mL foram consumidos durante 10 minutos. Isto foi o caso depois de 2 até 2,5 horas para um consumo de 99% do valor teórico. Resultou uma suspensão amarelo clara bem agitável.

Mudou-se o dispositivo de titulação. O dispositivo de titulação continha 250 g de 10% de hidróxido de sódio.

Ajustou-se o valor do pH a 6,8 com 7 g de 10% de hidróxido de sódio.

De seguida deixou-se introduzir 49,5 g de anilina (0,53 mole) durante 30 minutos, em que a temperatura do reactor foi deixada subir a 25 °C. Agitou-se posteriormente 1,5 horas a 25 °C. Até este momento foram doseados através do titulador 215 g de 10% de hidróxido de sódio (0,54 mole). O consumo foi no final do tempo de agitação subsequente menor que 2 mL em 10 minutos.

Num segundo reactor B colocaram-se 300 mL de água, adicionaram-se 84 g de uma solução a 80% de dietanolamina (0,64 mole) e aqueceu-se a 95 °C.

Durante 1,5 horas foi colocado o conteúdo do reactor A no reactor B. Aqui a temperatura do reactor B foi mantida constante

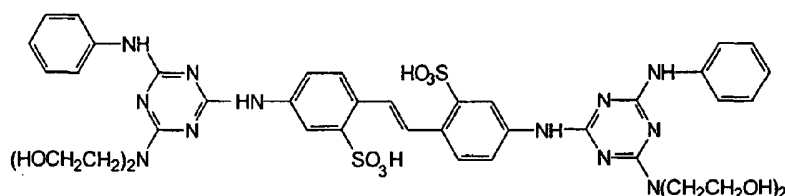
a 95 °C e o pH a 7,5 através de titulação com 10% de hidróxido de sódio. De seguida aqueceu-se a 98 - 100 °C sob titulação contínua durante 2,5 horas.

Consumo em 10% de hidróxido de sódio: 180 g (0,45 mole).

Deixou-se arrefecer a 85 °C, e ajustou-se um pH de 4,2 a esta temperatura através da adição de ácido clorídrico. Agitou-se 30 minutos e deixou-se aqui cair a temperatura a 50 - 55 °C.

O produto foi filtrado e cuidadosamente lavado com água. Depois da secagem a 50 °C em vácuo, obteve-se 245 g de produto com um valor de E1/1 de 600 (extinção específica medida a 350 nm de comprimento de onda).

O produto corresponde ao composto da fórmula



De seguida foram previamente colocados num reactor, 430 mL de água e aqueceu-se a aproximadamente 90 °C. Adicionou-se o produto totalmente em três partes iguais, em que cada parte foi colocada em solução através da adição de 70 g de 10% em hidróxido de sódio. O pH da solução turva castanho-amarelado resultante foi ajustado a 8,9 com 10% de hidróxido de sódio.

Filtrou-se a 80 - 90 °C através de um filtro de leito profundo e obteve-se 890 g de uma solução límpida com um valor de E1/1 de 165 (medido a 350 nm de comprimento de onda).

A preparação aquosa de branqueamento assim obtida foi estável ao armazenamento durante um período de tempo de mais de 30 dias a uma temperatura de 75 °C e não mostrou nenhuma precipitação cristalina ou separação da mistura.

Exemplo 2

De acordo com o processo descrito no exemplo 1 foi preparada uma solução límpida do mesmo branqueador e a seguir à filtração de leito profundo a uma temperatura de 90 °C, adicionou-se sob agitação 0,5% em peso de Baykanol®SL (Bayer AG, produto de condensação de formaldeído do componente c) com base em éter ditolílico sulfonado) em relação à substância activa branqueadora e dissolveu-se completamente.

Obteve-se uma solução límpida com um valor de E1/1 de 157 (medido a 350 nm de comprimento de onda).

Esta preparação aquosa de branqueamento foi estável ao armazenamento durante um período de tempo de mais de 30 dias a uma temperatura de 65 °C e não mostrou nenhuma precipitação cristalina ou separação da mistura.

Exemplo 3

De acordo com o processo descrito no exemplo 1 foi preparada uma solução límpida do mesmo branqueador e a seguir à filtração de leito profundo a uma temperatura de 90 °C, introduziu-se 1,9% em peso de uma solução a 28% de um produto de condensação de formaldeído de 4,4'-di-hidroxi-difenilsulfona e ácido naftalenossulfônico, que foi dessalinizado e ajustado para deficiência de resíduos monoméricos por meio de uma ultrafiltração de corrente axial como no exemplo 5 do documento EP-A-1049745, tendo sido introduzido e dissolveu-se completamente.

Obteve-se uma solução límpida com um valor de E1/1 de 155 (medido a 350 nm de comprimento de onda).

Esta preparação aquosa de branqueamento foi estável ao armazenamento durante um período de tempo de mais de 30 dias a uma temperatura de 65 °C e não mostrou nenhuma precipitação cristalina ou separação da mistura.

Exemplo 4

Uma solução preparada de acordo com o exemplo 2 foi seca por aspersão por meio de um secador por pulverização sob pressão com uma temperatura de entrada de ar de 220 °C e uma temperatura de saída de 90 °C sob condução fina dos materiais. Obteve-se uma substância sólida na forma de um microgranulado com 5,6% em peso de humidade residual (determinada por meio de secagem por IV) e um valor de E1/1 de 550, que se dissolveu completamente em água quente desionizada a 90 °C a um valor de pH de 8,7 com uma

concentração de até 75% em peso. Esta preparação aquosa de branqueamento com um valor de $E_{1/1}$ de 445 (medido a 350 nm de comprimento de onda) foi estável ao armazenamento durante um período de tempo de mais de 14 dias a uma temperatura de 85 °C e não mostrou nenhuma precipitação cristalina ou separação da mistura. Ela possuía aqui ainda uma consistência líquida, em especial, bombeável.

Exemplo 5 utilização de acordo com a invenção na coloração de pasta de papel

Num formador de placas de laboratório foram colocados 200 mL de uma mistura aquosa a 2,5% de pasta química, contendo 30 partes de pasta química de fibras longas de sulfato nórdicas e 70 partes de pasta química de fibras curtas de sulfato nórdicas tendo-se preenchido com 800 mL de água desionizada. De seguida foram introduzidos respectivamente sob agitação 0,4% em peso, das preparações aquosas de branqueamento quentes dos exemplos 1 - 3, relativamente ao teor de substância sólida da mistura de pasta química e depois de 10 minutos de agitação a placa foi formada manualmente sobre o crivo; as placas obtidas foram de seguida cuidadosamente secas a uma temperatura de 95 °C num cilindro de secagem e condicionaram-se durante um período de tempo de 12 horas a 23 °C e 50% de humidade do ar relativa.

Estas placas de papel manufacturadas mostraram um elevado grau de branco e um nivelamento excelente.

Exemplo 6 utilização de acordo com a invenção na coloração de pasta de papel

Como se descreveu no exemplo 5, contudo adicionando 0,16% em peso da preparação aquosa de branqueamento quente de acordo com o exemplo 4, foram obtidas igualmente placas de papel com comparavelmente bom aspecto branco e excelente nivelamento.

Exemplo 7 utilização de acordo com a invenção em revestimento de papel

Branqueador e papel bruto sem madeira DIN A4 (peso de área de 80 g/m²) foram revestidos num aparelho raspador de laboratório (firma Erichsen, K-Control-Coater, modelo K 202) com cores de revestimento com a seguinte composição:

60 partes de carbonato de cálcio
40 partes de caolina
10 partes de latex SBR
1 parte de álcool polivinílico
0,25 partes de ácido acrílico

O valor do pH da coloração de revestimento foi ajustado a 8 - 8,5 com hidróxido de sódio diluído e o teor de substância sólida da coloração de revestimento foi ajustado a 60 - 65% através da adição de água. A coloração de revestimento foi distribuída em 3 partes e em cada uma das partes da coloração de revestimento foram colocados, de forma homogênea, as preparações aquosas de branqueamento quentes descritas nos exemplos 1 - 3, numa quantidade de 10 g relativamente a 1 kg de coloração de

revestimento e misturou-se durante um período de tempo de 10 minutos.

As placas assim revestidas foram secas durante 1 minuto a 95 °C no secador de cilindro e depois armazenadas durante 3 horas a 23 °C e uma humidade do ar relativa de 50%, antes de serem medidas. Resultaram em todos os 3 casos papeis com um grau de branco muito elevado e bom nivelamento.

Exemplo 8 utilização de acordo com a invenção na prensa de aplicação de papel

Branqueador e papel bruto sem madeira DIN A4 (peso de área de 80 g/m²) foram reticulados numa prensa de aplicação de laboratório (firma Werner Matthis AG, tipo N° HF 18374) com banhos aquosos contendo

50 g/L de amido e

2 g/L das preparações aquosas de branqueamento correspondendo à composição dos exemplos 1 até 3, que foram incorporadas na sua forma quente.

O valor do pH dos banhos foi de aproximadamente 7. A captação de humidade foi aqui de aproximadamente 50-60%.

De seguida as placas foram secas durante 1 minuto a 95 °C no secador de cilindro e depois armazenadas durante 3 horas a 23 °C e a uma humidade do ar de 50%, antes de serem medidas. Resultaram em todos os três casos papéis de um grau de branco muito bom.

Exemplo 9 processo contínuo de acordo com a invenção para a solubilização contínua e para a utilização na coloração de pasta de papel

Uma preparação aquosa de branqueamento preparada de acordo com o exemplo 1 com uma temperatura de 75 °C foi canalizada durante um período de tempo de 1 hora (operação estacionária) de forma contínua por meio de uma bomba de engrenagens aquecida numa quantidade de 350 kg/h em conjunto com 650 L/h a 45 °C de água parcialmente dessalinizada para um recipiente de agitação com capacidade de 50 L provido de agitador de propulsão e ao mesmo tempo 1000 kg/h da solução concentrada assim obtida foi removida pelo lado do fundo com uma bomba rotor-estator. A introdução da preparação aquosa decorreu aqui perto do agitador, até 70% do nível do recipiente cheio. O número de rotações do agitador foi aqui ajustado de tal maneira, que foi conseguido um efeito de mistura suficiente com uma formação muito baixa de espuma. No estado estacionário o enchimento do recipiente foi de aproximadamente 35 L, o tempo de permanência médio da mistura no recipiente de agitação foi de 2,1 minutos. Amostras que foram retiradas em intervalos de 5 minutos atrás da bomba de descarga continham a solução límpida desejada com uma extinção específica de $57 \pm 0,5$ a 350 nm. A estabilidade da solução contra precipitação foi de mais de 3 horas (sob arrefecimento à temperatura ambiente). A solução concentrada assim obtida foi desta maneira extraordinariamente adequada para ser doseada continuamente na corrente axial de uma máquina de papel na relação desejada (concentração desejada da substância activa branqueadora).

Com o processo descrito foi além disso possível preparar soluções límpidas suficientemente estáveis até uma concentração de mais de 18% em peso da substância activa branqueadora.

Com o mesmo processo puderam igualmente ser dissolvidas continuamente com resultado comparavelmente bom as preparações aquosas de branqueamento de acordo com as composições dos exemplos 2 e 3. No entanto, a estabilidade de dissolução com a preparação aquosa de branqueamento de acordo com o exemplo 2 foi mais de 6 horas e puderam ser obtidas à temperatura ambiente soluções límpidas suficientemente estáveis até uma concentração de mais de 22% em peso da substância activa branqueadora. A preparação aquosa de branqueamento do exemplo 3 mostrou uma ainda melhor solubilidade, mesmo para concentrações acima de 22% em peso da substância activa branqueadora.

Exemplo 10 (aplicação sobre algodão, processo de folar-secar)

Materiais de algodão cozidos e branqueados foram folados sobre um aparelho de folar de laboratório com diferentes banhos aquosos, que continham respectivamente

14 g/L de substância activa branqueadora dos exemplos 1 - 4 e 3 g/L de sulfato de sódio.

A adição da substância activa branqueadora decorreu sob agitação através da introdução da quantidade correspondente em preparação aquosa de branqueamento quente dos exemplos 1 - 4 e subsequente adição de sulfato de sódio.

A captação de banho pelo tecido foi ajustada a aproximadamente 80% através de compressão entre os cilindros do aparelho de folar. Imediatamente de seguida decorreu a secagem dos materiais através de uma passagem em estrutura de tempereiro a 100 °C durante 30 segundos. Através deste tratamento foi obtido em cada caso um material com um muito bom efeito de branqueamento.

Exemplo 11 (aplicação sobre algodão, reticulação a seco)

Popelina de algodão cozida e branqueada foi impregnada sobre um aparelho de folar de laboratório com diferentes banhos aquosos, baseados nas preparações aquosas dos exemplos 1 - 4, com a seguinte composição:

14 g/L de substância activa branqueadora dos exemplos 1 - 4 e
105 g/L de uma mistura pré-condensada de resina sintética constituída por

80 g/L de Fixapret®NF (produto da BASF) e

25 g/L de Condensol® N (produto da BASF).

A adição da substância activa branqueadora decorreu em cada caso sob agitação através da introdução da quantidade correspondente em preparação aquosa de branqueamento quente dos exemplos 1 - 4.

Os materiais foram comprimidos entre os cilindros até uma captação de banho de aproximadamente 80% do peso seco. De seguida decorreu a secagem sobre a estrutura de tempereiro a 100 °C durante 30 segundos. Condensou-se igualmente sobre a estrutura de tempereiro a 150 °C durante 4 minutos.

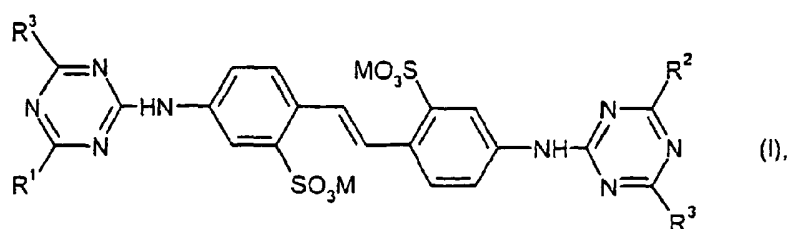
Através deste tratamento foi obtido em cada caso um material com um muito bom efeito de branqueamento.

Lisboa, 10 de Novembro de 2008

REIVINDICAÇÕES

1. Utilização de preparações aquosas de branqueamento com uma temperatura de 40 - 98 °C para a introdução numa mistura aquosa de pasta química, pasta de revestimento de papel e/ou banho de aplicação ou banho de prensagem de película para o branqueamento óptico de papel, sendo que a preparação de branqueamento

a) contém 15 até 85% em peso de pelo menos um branqueador óptico solúvel em água que é seleccionado do grupo dos diestilbenos ou dos triazinilflavonatos da fórmula geral (I)



em que

R¹, R² e R³ independentemente uns dos outros significam fenoxilo; fenoxilo mono ou dissulfonado; fenilamino; fenilamino mono ou dissulfonado; fenilamino substituído com alquilo-C₁-C₃, ciano, halogéneo, COOR, CONH-R, NH-COR, SO₂NH-R, O-R; morfolino; piperidino; pirrolidino; alquilo-OC₁-C₄;

-NH(alquilo-C₁-C₄); -N(alquilo-C₁-C₄)₂; -NH-alquilenos-C₂-C₄-OR;

-N(hidroxiálquilo-C₂-C₄)₂; -NH-alquilenos-C₂-C₄-O-alquilenos-C₂-C₄-OR;

um aminoácido ou uma amida de aminoácido, de cujo grupo amino foi removido um átomo de hidrogénio;

-NHCH₂CH₂OH; -N(CH₂CH₂OH)₂; -N(CH₃)(CH₂CH₂OH); -NH₂; -OCH₃;

-S-alquilo-C₁-C₄; arilo-S; Cl; -NH-CH₂CH₂SO₃H;

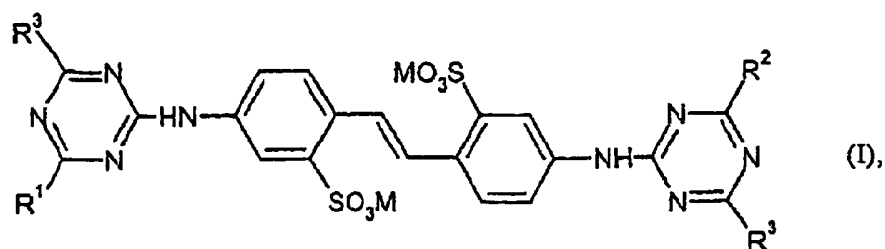
-N(CH₂CH₂SO₃H)₂; ou

-N(CH₂CH₂OH)CH₂CH₂CONH₂, e

R significa H ou alquilo-C₁-C₃ e M o resíduo de um sal alcalino, alcalinoterroso, de amónio ou amina.

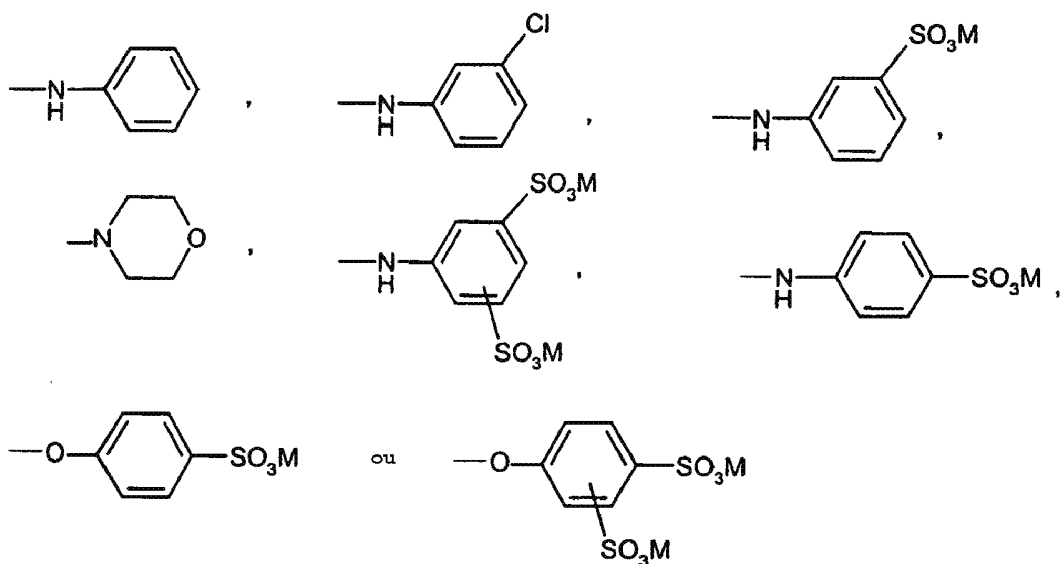
2. Utilização de preparações aquosas de branqueamento de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por a temperatura da preparação ser de 60 - 95 °C.
3. Utilização de preparações aquosas de branqueamento de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizada por a preparação de branqueamento conter 20 até 65% em peso de pelo menos um branqueador óptico solúvel em água do componente a).
4. Utilização de preparações aquosas de branqueamento de acordo com uma das reivindicações 1 até 3, caracterizada por as preparações de branqueamento estarem livres de partículas cristalinas de branqueador, em especial das suas formas hidratadas.
5. Utilização de preparações aquosas de branqueamento de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por o

branqueador óptico solúvel em água do componente a) ser seleccionado do grupo dos triazinilflavonatos da fórmula (I)



em que

R^1 , R^2 e R^3 independentemente uns dos outros, significam
 $-NH_2$, $-NH-CH_3$, $-NH-C_2H_5$, $-N(CH_3)_2$, $-N(C_2H_5)_2$, $-NH-CH_2CH_2OH$,
 $-NH$ -hidroxialquilo- C_2-C_4 , $-N$ (hidroxialquilo- C_2-C_4) $_2$,
 $-NH-CH_2CH_2SO_3H$; $-NH-CH_2-CH_2-O-CH_2-CH_2-OH$, $-OCH_3$, $-OCH(CH_3)_2$,
 $-O-CH_2-CH_2-O-CH_3$, $-N(CH_2-CH_2-OH)_2$, $-N(CH_2-CHOH-CH_3)_2$,
 morfolino, $-SCH_3$, $-N(CH_2-CH_2-OH)CH_2-CH_2-CONH_2$ bem como um dos seguintes resíduos

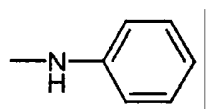


e M significa o resíduo de um sal de metal alcalino, alcalinoterroso, sal de amônio ou amina.

6. Utilização de preparações aquosas de branqueamento de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por

R^1 e R^2 significarem $-N(CH_2-CH_2-OH)_2$ e

R^3 significar



e

M ter o significado acima, em especial significar Na^+ ou K^+ .

7. Utilização de preparações aquosas de branqueamento de acordo com pelo menos uma das reivindicações 1-6, contendo

b) 85 - 15% em peso de água.

8. Utilização de preparações aquosas de branqueamento de acordo com pelo menos uma das reivindicações 1-7, contendo adicionalmente

c) 0,1 - 5% em peso em relação ao branqueador do componente

a) de pelo menos um produto de condensação com base em

A) aromáticos sulfonados

B) aldeídos e/ou cetonas e eventualmente

C) um ou vários compostos do grupo dos aromáticos não sulfonados, ureia e derivados de ureia.

9. Utilização de preparações aquosas de branqueamento de acordo com pelo menos uma das reivindicações 1-8, contendo como componente c) um produto de condensação com base em
- A) ácido ditolilétersulfónico e
 - B) formaldeído, ou
- A) ácido naftalenossulfónico,
- B) formaldeído e
 - C) 4,4'-difenilsulfona.
10. Utilização de preparações aquosas de branqueamento de acordo com a reivindicação 1, para o branqueamento óptico de papel na pasta.
11. Utilização de preparações aquosas de branqueamento de acordo com a reivindicação 1, para o branqueamento óptico de papel à superfície.
12. Utilização de preparações aquosas de branqueamento de acordo com a reivindicação 1, caracterizadas por a preparação aquosa de branqueamento ser introduzida na mistura aquosa de pasta química, pasta de revestimento de papel e/ou banho de aplicação ou banho de prensagem de película depois de diluição com água.

Lisboa, 10 de Novembro de 2008

RESUMO

"UTILIZAÇÃO DE PREPARAÇÕES AQUOSAS DE BRANQUEAMENTO PARA BRANQUEAR MATERIAIS NATURAIS E SINTÉTICOS"

Utilização de preparações aquosas de branqueamento para o branqueamento óptico de materiais naturais ou sintéticos contendo

a) 15 até 85% em peso, em especial 20 até 65% em peso de pelo menos um branqueador óptico solúvel em água, caracterizado por a temperatura da preparação ser de 40 - 98 °C, de um modo preferido 60 - 95 °C.