

CH 682578 A5



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑪ CH 682578 A5

⑤① Int. Cl.⁵: D 06 P 1/649
C 07 D 209/48

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

⑫ **PATENTSCHRIFT** A5

⑳ Gesuchsnummer: 2486/91

㉔ Anmeldungsdatum: 23.08.1991

③① Priorität(en): 27.08.1990 DE 4027075

㉔ Patent erteilt: 15.10.1993

④⑤ Patentschrift
veröffentlicht: 15.10.1993

⑦③ Inhaber:
Sandoz AG, Basel

⑦② Erfinder:
Baumann, Hans-Peter, Dr., Ettingen

⑤④ **N-Alkylphthalimidgemisch.**

⑤⑦ N-Alkylphthalimidgemische aus

- (a) N-(n-Propyl)-phthalimid,
- (b) N-(sec.-C₄₋₆-Alkyl)-phthalimid und
- (c) N-(n-C₄₋₆-Alkyl)-phthalimid,

worin das Gewichtsverhältnis (a)/(P) im Bereich von 3/100 bis 14/100 liegt, insbesondere im Gemisch mit einem Emulgiersystem (E), eignen sich hervorragend als stabile, gut-emulgierbare Präparationen, die besonders als Carrier geeignet sind.



CH 682578 A5

Beschreibung

Niedrigmolekulare N-Alkylphthalimide finden als Carrier beim Färben oder optischen Aufhellen von Fasermaterialien mit Dispersionsfarbstoffen bzw. Dispersionsaufhellern Verwendung und werden vorteilhaft in Form von flüssigen, in Wasser emulgierbaren Präparationen eingesetzt. Für Transport und Lagerung solcher Präparationen ist die Beständigkeit unter verschiedenen Temperaturbedingungen von grosser Bedeutung. Für die Applikation ist ein möglichst hoher Gehalt an Wirksubstanz im Vergleich zu allfälligen Emulgiermitteln im Präparat erwünscht.

Es wurde nun gefunden, dass bestimmte N-Alkylphthalimidgemische, wie unten definiert, und die insbesondere frei von anderen (d.h. von niedrigeren und von höheren sowie von anders verzweigten) N-Alkylphthalimiden sind, überraschend gut emulgierbar sind, wobei Präparationen die in einem sehr breiten Temperaturbereich stabil bleiben und sich durch eine hervorragende Wirksamkeit als Carrier auszeichnen, herstellbar sind.

Die Erfindung betrifft die unten definierten N-Alkylphthalimidgemische, Präparate die diese Gemische enthalten, und die Verwendung davon als Carrier (Farbstoffüberträger).

Gegenstand der Erfindung ist ein N-Alkylphthalimidgemisch (P) bestehend im wesentlichen aus:

(a) N-(n-Propyl)-phthalimid,

(b) N-(sec.C₄₋₆-Alkyl)-phthalimid und

(c) N-(n-C₄₋₆-Alkyl)-phthalimid,

worin das Gewichtsverhältnis (a)/(P) im Bereich von 3/100 bis 14/100 liegt.

Als Komponenten (b) kommen vornehmlich N-(Butyl-2)-phthalimid, N-(Pentyl-2)-phthalimid und N-(Hexyl-2)-phthalimid in Betracht, worunter das N-(Butyl-2)-phthalimid bevorzugt ist.

Als Komponenten (c) kommen N-(n-Hexyl)-phthalimid, N-(n-Pentyl)-phthalimid und N-(n-Butyl)-phthalimid in Betracht, worunter die beiden letztgenannten bevorzugt sind, insbesondere N-(n-Butyl)-phthalimid.

Das Gewichtsverhältnis (a)/(P) liegt vorteilhaft im Bereich von 3/100 bis 12/100, insbesondere 5/100 bis 11/100.

Das Gewichtsverhältnis (b)/(c) liegt vorteilhaft im Bereich von 1/10 bis 4/1, vornehmlich unterhalb 2,5/1, vorzugsweise unterhalb 1/1, insbesondere im Bereich von 1/4 bis 1/1,3.

Das Gewichtsverhältnis (b)/(P) liegt vorteilhaft im Bereich von 8/100 bis 70/100, vorzugsweise 15/100 bis 42/100.

Das Gewichtsverhältnis (c)/(P) liegt vorteilhaft im Bereich von 55/100 bis 80/100, vorzugsweise 55/100 bis 72/100.

Diese Gemische (P) können durch Mischen der Einzelkomponenten untereinander oder auch durch Synthese der Imide in Gegenwart voneinander auf an sich bekannte Weise, z.B. ausgehend von Phthalsäureanhydrid oder Phthalsäureestern und den entsprechenden Aminen, hergestellt werden.

Die Phthalimide können, z.B. aus einer unvollständigen Umsetzung und/oder aus Nebenreaktionen, gegebenenfalls geringe Anteile an Carboxygruppen und/oder (wenn von Phthalsäureanhydrid ausgegangen wurde) gegebenenfalls nicht umgesetztem Anhydrid enthalten, vornehmlich ≤ 5 Mol %, insbesondere ≤ 2 Mol % der gesamten Imide. Die oben als (a), (b) und (c) genannten Phthalimide schliessen auch solche allfälligen Nebenprodukte ein.

Die Gemische (P) sind insbesondere frei von niedrigeren oder höheren N-Alkylphthalimiden sowie auch von anders verzweigten N-Alkylphthalimiden. Ein gegebenenfalls aus Verunreinigungen in den Ausgangsprodukten herrührender Gehalt von bis zu 2 Gew.-%, vorzugsweise < 1 Gew.-%, an niedrigeren und/oder höheren N-Alkylphthalimiden und/oder von bis zu 5 Gew.-%, vorzugsweise $< 2,5$ Gew.-%, insbesondere < 1 Gew.-%, an anders verzweigten N-Alkylphthalimiden in einem jeden von (a), (b) und (c) können dabei noch toleriert werden und sind in der Definition von (a), (b) und (c) mitumfasst.

Die erfindungsgemässen Gemische (P) finden ihre Verwendung als Carrier. Für diesen Zweck werden sie vorteilhaft mit einem Emulgiersystem (E) kombiniert, um deren Verteilbarkeit in Wasser in emulgierter Form zu erleichtern, und ein weiterer Gegenstand der Erfindung sind Präparate (U), die durch einen Gehalt an (P) und (E) gekennzeichnet sind, aber frei von anderen Phthalimiden sind.

Als Emulgiersysteme (E) eignen sich im allgemeinen Emulgatoren (e), welche vorzugsweise mindestens teilweise anionisch sind und gegebenenfalls mit Emulgierhilfsmitteln (h) kombiniert sind:

Das Emulgiersystem (E) enthält vorzugsweise mindestens einen Emulgator (e); (e) ist vorzugsweise

(e₁) mindestens ein anionischer Emulgator

gegebenenfalls im Gemisch mit

(e₂) mindestens einem nicht-ionogenen Emulgator.

Als (e₁) kommen im allgemeinen beliebige anionische Emulgatoren in Betracht, z.B. wie in der DE 2 941 763 C2 unter (b) genannt oder wie in den Patenten DE 2 306 104 C3, DE 3 246 383 C2 und DE 3 247 400 C2 beschrieben, auf welche hier ausdrücklich Bezug genommen wird.

Vorzugsweise ist (e₁)

(e₁₁) ein mindestens teilweise carboxymethylierter, phosphatierter oder sulfatierter Polyalkylenglykoläther eines Kohlenwasserstoff-mono- oder -polyols mit durchschnittlich mindestens 10 Kohlenstoffatomen pro Hydroxygruppe des Mono- oder Polyols,

(e₁₂) ein Sulfat, Phosphat oder Carboxymethylderivat eines Sorbitan- oder Glycerin-fettsäureesters, worin der Fettrest 12 bis 24 Kohlenstoffatome enthält, oder eines Polyalkylenglykoläthers davon, oder (e₁₃) eine C₁₂₋₂₄-Kohlenwasserstoffsulfonsäure, wobei die Carboxy-, Phosphat- oder Sulfogruppen gegebenenfalls in Salzform vorliegen, oder ein Gemisch solcher Tenside.

Als (e₂) kommen im allgemeinen beliebige nicht-ionogene Emulgatoren in Betracht, z.B. Oxalkylierungsprodukte wie im Deutschen Patent DE 2 941 763 C2 unter (e) genannt oder auch Oxalkylierungsprodukte von höhermolekularen Polyolen, insbesondere oxalkylierte Novolake oder Mischnovolake, wie sie z.B. in den Deutschen Patenten DE 2 306 104 C3, DE 3 246 383 C2 und DE 3 247 400 C2 als Zwischenprodukte beschrieben sind. Auf die genannten Deutschen Patente wird hier ausdrücklich Bezug genommen.

Vorzugsweise ist (e₂)

(e₂₁) ein Polyalkylenglykoläther eines Kohlenwasserstoff-mono- oder -polyols mit durchschnittlich mindestens 10 Kohlenstoffatomen pro Hydroxygruppe des Mono- oder Polyols

oder (e₂₂) ein Sorbitan- oder Glycerin-fettsäureester, worin der Fettrest 12 bis 24 Kohlenstoffatome enthält, oder ein Polyalkylenglykoläther davon, oder ein Gemisch solcher Tenside.

Die Polyalkylenglykoläther in (e₁₁), (e₂₁), (e₁₂) und (e₂₂) sind vorteilhaft Polyäthylenglykoläther, die gegebenenfalls einen kleineren Anteil an Propylenoxy-, Butylenoxy- und/oder Styrenoxyeinheiten enthalten können; bevorzugt sind die Polyalkylenglykoläther ausschliesslich Polyäthylenglykoläther.

Als (e₂₁) können insbesondere die folgenden Polyalkylenglykoläther genannt werden:

(e₂₁₁) Polyalkylenglykoläther von Fettalkoholen mit 12 bis 24 Kohlenstoffatomen,

(e₂₁₂) Polyalkylenglykoläther von Mono- oder Dialkylphenolen mit 12 bis 24, vorzugsweise 14 bis 18 Kohlenstoffatomen im Mono- oder Dialkylphenylrest

und (e₂₁₃) Polyalkylenglykoläther von einfachen oder oligomeren, methylenbrückenhaltigen, Novolak-artigen Kondensaten von Mono- oder Dialkylphenolen, die je 10 bis 24, vorzugsweise 12 bis 18, Kohlenstoffatomen pro Molekül Mono- oder Dialkylphenol enthalten, und gegebenenfalls niedrigeren Alkylphenolen (z.B. Kresolen), mit Formaldehyd.

Der Oxäthylierungsgrad liegt vorteilhaft im Bereich von 4 bis 50, vorzugsweise 4 bis 20 Mol Äthylenoxyd pro Val Alkylphenol und/oder Fettalkohol.

Als (e₂₂) kommen insbesondere die folgenden in Betracht:

(e₂₂₁) Mono- oder Diester von Sorbitan oder Glycerin, worin die esterbildenden Fettsäurereste gesättigt oder auch ungesättigt, insbesondere monoäthylenisch ungesättigt, sein können (z.B. Lauroyl, Palmitoyl, Myristoyl, Oleoyl, Stearoyl oder Arachidoyl), vornehmlich Sorbitanmonooleat, Sorbitanmonostearat, Sorbitanmonolaurat und teilweise hydrolysierte Fettsäuretriglyceride,

(e₂₂₂) Polyäthylenglykoläther von (e₂₂₁) mit durchschnittlich 4 bis 40 Äthylenoxyeinheiten pro Hydroxygruppe des Eduktes,

und (e₂₂₃) Polyäthylenglykoläther von ricinolgruppenhaltigen Fettsäureglyceriden, insbesondere Triglyceriden, vorzugsweise Anlagerungsprodukte von 8 bis 50 Mol Äthylenoxyd an ein Mol ricinolgruppenhaltiges Triglycerid.

Als (e₁₁) kommen vorzugsweise die carboxymethylierten, phosphatierten oder sulfatierten Derivate der entsprechenden unter (e₂₁) genannten Tenside, insbesondere von (e₂₁₁), (e₂₁₂) und (e₂₁₃), in Betracht.

Als (e₁₂) kommen vorzugsweise die entsprechenden sulfatierten, phosphatierten oder carboxymethylierten Derivate der unter (e₂₂) genannten Produkte, insbesondere von (e₂₂₁), (e₂₂₂) und (e₂₂₃) in Betracht.

Als (e₁₃) kommen vorzugsweise Alkylbenzolsulfonsäuren in Betracht, vornehmlich Dodecylbenzolsulfonsäure.

Unter den carboxymethylierten, phosphatierten oder sulfatierten Derivaten in (e₁₁) und (e₁₂) sind die Sulfate bevorzugt.

Die Carboxy-, Sulfo- und Phosphatgruppen können in Form der Säuregruppen oder in Salzform vorliegen, insbesondere als -COOM, -SO₃M bzw. -O-PO₃(M)₂, worin M Wasserstoff oder ein Kation bedeutet, vorzugsweise ein Alkalimetallkation (insbesondere Lithium, Natrium oder Kalium), ein Äquivalent eines Erdalkalimetallkations (insbesondere Magnesium oder Calcium) oder ein Ammoniumkation [insbesondere unsubstituiertes Ammonium, Mono-, Di- oder Tri-(C₂₋₃-alkanol)-ammonium oder C₃₋₆-Alkylammonium]. In den bevorzugten Sulfaten ist M vorzugsweise -NH₄⁺.

Das Gewichtsverhältnis (e₂)/(e₁) liegt vorteilhaft im Bereich von 0/100 bis 90/10, vorzugsweise 0/100 bis 40/60. Wenn (e₂₂) und/oder ein Polyalkylenglykoläther eines Monoalkohols (e₂₁) im Gemisch mit (e₁₃), (e₁₂) oder einem carboxymethylierten, phosphatierten oder sulfatierten Polyalkylenglykoläther eines Monoalkohols (e₁₁) eingesetzt werden, ist das Gewichtsverhältnis (e₂)/(e₁) vorteilhaft im Bereich von 20/80 bis 90/10.

Nach einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden solche Tenside (e) eingesetzt, die

dadurch erhältlich sind, dass die genannten Polyalkylenglykoläther der Polyole, insbesondere der Novolak-artigen Kondensate (e_{213}), vorzugsweise nur teilweise sulfatiert, phosphatiert oder carboxymethyliert sind, insbesondere zu 10 bis 70 Mol-%, besonders bevorzugt zu 12 bis 25 Mol-%. Diese teilweise anionisch modifizierten Derivate der Produkte (e_{213}) werden im Folgenden als (e_3) bezeichnet. Die besonders bevorzugten, zu 12 bis 25 Mol-% sulfatierten Anlagerungsprodukte von 4 bis 20 Mol Äthylendioxyd an ein Val oligomeres, methylenbrückenhaltiges Kondensationsprodukt von Alkylphenol und Formaldehyd werden im Folgenden als (e_{31}) bezeichnet.

Werden als (e), (e_3) bzw. (e_{31}) entsprechende, teilweise anionisch modifizierter Polyalkylenglykoläther von Kohlenwasserstoffpolyolen, insbesondere von oligomeren Kondensaten wie oben beschrieben, eingesetzt, dann sind diese vorteilhaft solche, wie in der DE 2 306 104 C3, in der DE 3 246 383 C2 oder auch in der DE 3 247 400 C2 mit den dortigen jeweiligen Formeln (I) veranschaulicht und in den Beispielen beschrieben, wobei die teilweise anionisch modifizierten Produkte – insbesondere (e_{31}) – durch die statistische Verteilung der anionischen Gruppen, gegebenenfalls im Gemisch mit nicht anionisch modifiziertem Ausgangsprodukt (e_{213}) vorliegen können.

Vorteilhaft enthält das Emulgiersystem (E) bzw. das erfindungsgemäße Präparat (U) neben Emulgator (e), bzw. neben (P) + (e),

(h) mindestens ein lipophiles nicht-ionogenes Emulgierhilfsmittel.

Als (h) kommen vorteilhaft öllösliche polare Produkte in Betracht, vorzugsweise öllösliche Fettsäure-(C_{1-4} -alkyl)ester mit 12 bis 24 Kohlenstoffatomen im Fettsäurerest oder ein Gemisch solcher Ester. Als Fettsäurereste in diesen Estern kommen insbesondere die obengenannten in Betracht, sowie die Acylreste technischer Fettsäuren, insbesondere der Talgfettsäure, der technischen Ölsäure, der Kokosfettsäure oder von Fischölsäuren oder aufgearbeiteten technischen Fettsäuren, vorzugsweise von solchen mit 16 bis 24 Kohlenstoffatomen. Als esterbildende C_{1-4} -Alkylreste in (h) sind die niedrigeren bevorzugt, insbesondere Äthyl und vor allem Methyl.

Das Emulgiersystem (E) kann aus (e) alleine oder vorzugsweise aus einem Gemisch von (e) mit (h) bestehen; wenn (h) vorhanden ist, ist das Gewichtsverhältnis (e)/(h) vorteilhaft im Bereich 95/5 bis 40/60, vorzugsweise 80/20 bis 40/60.

Das Gewichtsverhältnis (E)/[(P) + (E)] liegt vorteilhaft im Bereich von 3/100 bis 20/100, vorzugsweise 5/100 bis 20/100. Wenn (E) bzw. das erfindungsgemäße Präparat (U) kein (h) enthält, ist das Gewichtsverhältnis von (e) zum gesamten Präparat vorteilhaft im Bereich von 6/100 bis 20/100, vorzugsweise 10/100 bis 20/100. Wenn (h) vorhanden ist [sei es im Gemisch mit (P) oder mit (e) eingesetzt oder beides oder separat zugegeben], kann der Gehalt an (e) bedeutend herabgesetzt werden, vorteilhaft so, dass das Gewichtsverhältnis (e)/[(P) + (E)] im (P), (e) und (h) enthaltenden Präparat (U) im Bereich von 4/100 bis 12/100 liegt, vorzugsweise – besonders bei bevorzugten Verhältnissen (e)/(h) und insbesondere bei Einsatz der genannten bevorzugten tensiden Derivate (e_{31}) der Novolak-artigen Kondensate – im Bereich von 4/100 bis 10/100 oder sogar 4/100 bis 9/100.

Die erfindungsgemäßen Präparate (U) enthalten die Gemische (P) und die Emulgiersysteme (E) und können in dieser Form gehandhabt werden. Gewünschtenfalls kann eine Base zugegeben werden, um allfällige Carboxygruppen und/oder nicht umgesetztes Anhydrid mindestens teilweise in die entsprechende Salzform überzuführen, so dass der pH des mit Wasser auf 1 Gew.-% [(P) + (E) + gegebenenfalls Base] verdünnten Präparates, vorteilhaft im Bereich von 3 bis 8, vorzugsweise 4 bis 7, liegt. Als Basen zur Einstellung dieser pH-Werte eignen sich im allgemeinen übliche Zusätze, insbesondere Alkalimetallhydroxyde, -carbonate oder -bicarbonate oder vorzugsweise aliphatische Amine, vornehmlich C_{2-3} -Alkanolamine, insbesondere Mono-, Di- oder Triäthanolamin oder Mono-, Di- oder Triisopropanolamin, und/oder Alkylamine, vorteilhaft C_{3-6} -Alkylamine, insbesondere worin die Alkylreste denjenigen der eingesetzten N-Alkylphthalimide entsprechen.

Insbesondere sind die erfindungsgemäßen Präparate (U) solche, die im wesentlichen aus (P) und (E) und gegebenenfalls zusätzlicher Base, wie oben genannt, bestehen. Sie sind im allgemeinen flüssig bis dickflüssig und zeichnen sich durch ihre Stabilität bei Transport und Lagerung aus u.zw. sowohl unter Hitze- als auch unter Frostbedingungen, z.B. bei Temperaturen unter -10°C oder über $+40^{\circ}\text{C}$.

Die erfindungsgemäßen Phthalimidgemische (P), insbesondere in der Form ihrer (E)-haltigen Präparate (U), wie oben beschrieben, dienen als Hilfsmittel für die Behandlung von faserigen Substraten mit Substanzen, die in Form von wässrigen Dispersionen vorliegen, insbesondere dienen sie als Carrier (Farbstoffüberträger) für das Färben von Fasermaterial mit Dispersionsfarbstoffen oder sonstigen Farbstoffen die in Form von wässriger Dispersion appliziert werden, oder für das optische Aufhellen von Fasermaterial mit Dispersionsaufhellern. Die erfindungsgemäßen Präparate (U) sind sehr gut mit Wasser verdünnbar; vor dem Gebrauch können sie, gewünschtenfalls, mit Wasser zu Stammemulsionen verdünnt werden (z.B. 5 bis 30 Gew.-%-ig, vorzugsweise 10 bis 20 Gew.-%-ig) oder sie können auch in die Farbstoff- oder Aufheller-stammdispersionen oder auch direkt in die Flotten zugegeben werden. Die wässrigen Stammemulsionen bzw. -dispersionen zeichnen sich durch ihre Lagerbeständigkeit aus und können, auch nach mehreren Tagen, unverändert gebraucht werden; sollten sie sich nach längerem Lagern in Schichten trennen oder absetzen, so können sie durch einfaches Rühren wieder einwandfrei emulgiert bzw. dispergiert werden. Sie sind insbesondere als Carrier für das Färben von synthetischen oder halbsynthetischen Fasermaterialien geeignet, vornehmlich Fasermaterial aus Polyester, Polyamid oder Celluloseacetaten und deren Mischungen, sowie Mischungen mit natürlichen Fasern (besonders

Baumwolle oder Wolle), z.B. Baumwolle/Polyester oder Wolle/Polyester, oder mit elastomeren Fasern (z.B. Polyurethanen). Die zu behandelnden Substrate können in einer beliebigen Bearbeitungsform vorliegen, wie sie üblicherweise für das Färben bzw. optische Aufhellen unter Zuhilfenahme von Carriern eingesetzt wird, z.B. als lose Fasern, Fäden, Filamente, Stränge, Kreuzspulen, Gewebe, Gewirke, Vliesstoffe, Filz, Teppiche, Tuftingware sowie Halbfertig- oder Fertigware. Die Applikation kann nach an sich bekannten Methoden erfolgen, insbesondere aus wässrigem Medium, vorteilhaft bei pH 3 bis 8, z.B. nach Ausziehverfahren unter normalem Druck, vorteilhaft bei Temperaturen $\geq 95^{\circ}\text{C}$, oder unter erhöhtem Druck bei Temperaturen oberhalb 100°C , insbesondere im Temperaturbereich von 102 bis 140°C , z.B. unter HT-Bedingungen vorteilhaft bei 102 bis 110°C oder unter Schnelfärbebedingungen bei höheren Temperaturen (Polyesterfasern vorzugsweise bei Temperaturen zwischen 110 und 140°C , Polyamidfasern vorzugsweise bei Temperaturen von 105 bis 115°C , Celluloseacetatfasern vorzugsweise bei 105 bis 125°C), oder nach Imprägnierverfahren, z.B. durch Klotzen, Tauchen, Besprühen, Schaumauftrag oder Bedrucken (mit Druckpasten oder Drucktinten) unter üblichen Imprägnierbedingungen (z.B. bei Temperaturen zwischen 15°C und 50°C) und darauffolgendem Fixieren, vorzugsweise bei erhöhter Temperatur, insbesondere oberhalb 100°C , z.B. durch Dämpfen, vorzugsweise bei 102 bis 120°C oder Thermosolieren (z.B. bei Temperaturen im Bereich von 130 bis 220°C ; für Polyamide vorzugsweise im Bereich von 130 bis 160°C und für Polyester vorzugsweise im Bereich von 150 bis 220°C).

Durch die überraschend gute Emulgierbarkeit der erfindungsgemässen Gemische (P) in Gegenwart von (E) können, auch unter Verwendung von sehr kleinen Anteilen an Emulgatorsystemen (E), insbesondere an Emulgator (e), vor allem Emulgatoren (e_3) des obengenannten Novolak-Tensidtyps, optimale Wirkungen erreicht werden, wobei eine hervorragende und sehr rasche Feinstverteilung von (P) im wässrigen System stattfindet und dessen Wirkung (insbesondere Carrier-Wirkung) daher unverzüglich im Färbeprozess bzw. Aufhellprozess bestens zur Entfaltung kommt und ausgenutzt werden kann. Gewünschtenfalls können den erfindungsgemässen Carrier-Präparaten (U) weitere übliche Färbemittel (insbesondere spätestens in der wässrigen Behandlungsflotte) beigemischt werden, z.B. weitere Carrier-Substanzen (Q), die mit N-Alkylphthalimiden verträglich sind, insbesondere alkylsubstituierte Aromaten und deren Mischungen, Verbindungen der aromatischen oder alkylaromatischen Carbonsäureesterreihe, halogensubstituierte Aromaten, Verbindungen der gegebenenfalls alkyl- und/oder hydroxysubstituierten Biphenyl-, Diphenyläther- oder Naphtholätherreihe. Die zusätzliche Verwendung anderer N-Alkylphthalimide wird hier ausdrücklich nicht empfohlen. Wenn (P) zusammen mit (Q) verwendet wird oder damit verschnitten wird, ist es bevorzugt dass (P) überwiegt. Weitere Zusätze, die zusammen mit den erfindungsgemässen Carrier-Präparaten (U) eingesetzt werden können, sind beispielsweise Antischaummittel; wenn als Tenside (E) in den erfindungsgemässen Präparationen (U) die obengenannten Novolak-Tenside (e_3), besonders (e_{31}), eingesetzt werden, ist die zusätzliche Verwendung eines Antischaummittels im allgemeinen nicht erforderlich, weil diese dem Präparat bereits eine hervorragende Schaumarmut verleihen, so dass solche Präparate auch für Verfahren, in welchen Schaum in störendem Ausmasses sonst auftreten würde, auch ohne Zusatz von Antischaummittel gut verwendet werden können (z.B. in Düsenfärbearbeiten, für das Färben von Kreuzspulen, im Jigger oder in der Haspelkufe). Für das erfindungsgemässe Verfahren können beliebige übliche Dispersionsfarbstoffe und Dispersionsaufheller verwendet werden, z.B. wie sie im «Colour Index» unter Disperse Dyes und teilweise unter Fluorescent Optical Brighteners definiert sind und welche in den üblichen Handelsformen üblicherweise Formulierungszusätze (hauptsächlich Dispergiemittel) enthalten, oder auch weitere Farbstoffe, die mindestens vorübergehend keine wasserlöslichmachenden Substituenten enthalten, wie z.B. Schwefelfarbstoffe, Küpenfarbstoffe oder Entwicklungsfarbstoffe.

Besonders vorteilhaft können die erfindungsgemässen Präparate (U) auch in wässrigen Druckpasten und -tinten verwendet werden (z.B. für Teppichdruck oder zum Bedrucken von Maschenware), da sie auch in relativ konzentrierten Behandlungsformulierungen ihre Wirksamkeit optimal entfalten können.

Unter Einsatz der erfindungsgemässen Carrier-Präparationen (U) können die Eigenschaften der eingesetzten Farbstoffe und Aufheller hervorragend zur Geltung gebracht werden und es können sehr gleichmässige Färbungen in hellen bis tiefen Tönen auch mit Farbstoffmischungen (z.B. Trichromiemischungen) in guter Durchfärbung des Substrates erhalten werden. Es können Färbungen mit optimalen Echtheiten erhalten werden.

Die erforderliche bzw. optimale einzusetzende Menge der erfindungsgemässen Präparate (U), bezogen auf das Substrat oder auf die Flotte, kann z.B. je nach Menge und Art des Farbstoffes oder optischen Aufhellers, Art und Beschaffenheit des Substrates, verwendeter Behandlungsmethode und Flottenlänge stark variieren und kann durch einige orientierende Vorversuche ermittelt werden. Vornehmlich werden die erfindungsgemässen Präparate (U) in Konzentrationen von $0,3$ bis 25 g/l, bezogen auf die wässrige Behandlungsflotte eingesetzt; bei einem Flottenverhältnis von $1:5$ bis $1:40$, insbesondere $1:20$, vorteilhaft in Konzentrationen von $0,4$ bis 12 g/l, vorzugsweise $0,5$ bis 4 g/l.

In den folgenden Beispielen bedeuten die Teile Gewichtsteile und die Prozente Gewichtsprozente; die Temperaturen sind in Celsiusgraden angegeben. Die Farbstoffe sind in handelsüblicher Form eingesetzt, deren Konzentrationen in % sind auf das Substrat bezogen.

Die eingesetzten N-Alkylphthalimidgemische (P) sind in der folgenden Tabelle 1 aufgezählt.

Tabelle 1

5	Gemisch (P)	Gew.-% N-R-Phthalimid in (P)		
		R = n-Propyl (a)	R = sec.-Butyl (b)	R = n-Butyl (c)
	P1	3	60	37
10	P2	3	55	42
	P3	3	42	55
	P4	3	17	80
15	P5	5	37	58
	P6	6	31	63
	P7	8	32	60
	P8	8	27	65
20	P9	8	22	70
	P10	10	32	58
	P11	10	30	60
25	P12	10	22	68
	P13	12	60	28
	P14	12	28	60
30	P15	12	18	70
	P16	12	8	80

Die eingesetzten Emulgiersysteme (E) sind in der folgenden Tabelle 2 aufgezählt, worin w, x und y Emulgatoren (e) sind und z ein Emulgierhilfsmittel (h) ist.

Tabelle 2

40	Emulgiersystem (E)	Gew.-% in (E)			
		w	x	y	z
	E1	95	–	–	5
	E2	40	–	–	60
45	E3	50	–	–	50
	E4	80	–	–	20
	E5	100	–	–	–
50	E6	–	90	10	–
	E7	–	50	50	–
	E8	–	20	80	–
	E9	–	25	25	50

w = Novolak-Tensid «Verbindung 6» der Tabelle auf Seite 5 der DE 3 246 383 C2
 x = Anlagerungsprodukt von 32 Mol Äthylenoxyd an 1 Mol Ricinusöl
 y = Monoäthanolammonium-dodecylbenzolsulfonat
 z = C₁₆₋₂₀-Fettsäure-methylester

Die eingesetzten Überträgerpräparate (Carrierpräparate) (U) sind in der folgenden Tabelle 3 aufgezählt.

Tabelle 3

	Carrierpräparat (U)	Phthalimidgemisch (P) (%)	Emulgiersystem (E) (%)
5	U1	P1 (83)	E3 (17)
	U2	P2 (83)	E3 (17)
10	U3	P3 (83)	E3 (17)
	U4	P4 (80)	E2 (20)
	U5	P4 (83)	E3 (17)
15	U6	P4 (90)	E6 (10)
	U7	P4 (85)	E7 (15)
	U8	P5 (83)	E3 (17)
20	U9	P6 (83)	E3 (17)
	U10	P7 (84)	E3 (16)
	U11	P7 (82)	E4 (18)
25	U12	P7 (82)	E5 (18)
	U13	P7 (84)	E9 (16)
	U14	P8 (83)	E3 (17)
	U15	P9 (83)	E3 (17)
30	U16	P10 (83)	E3 (17)
	U17	P11 (84)	E3 (16)
	U18	P11 (82)	E4 (18)
35	U19	P11 (85)	E5 (15)
	U20	P11 (84)	E9 (16)
	U21	P12 (83)	E3 (17)
40	U22	P13 (83)	E3 (17)
	U23	P13 (88)	E8 (12)
	U24	P14 (83)	E3 (17)
	U25	P15 (83)	E3 (17)
45	U26	P16 (95)	E1 (5)
	U27	P16 (83)	E3 (17)

50 Erforderlichenfalls wird den obigen Carrier-Präparaten (U) Monoäthanolamin oder Diisopropanolamin zugegeben (pH des verdünnten wässrigen 1 %-igen Präparates = 4 bis 6).

Beispiel 1

55 Ein texturiertes Polyester-(Diolen-loft)-Gewirke wird bei Zimmertemperatur (= 20°C) auf dem Foulard bei einer Flottenaufnahme von 80% mit einer wässrigen Flotte geklotzt, die auf 1000 Teile 25 Teile des Farbstoffes C.I. Disperse Yellow 64 (Struktur N° 47023) und 10 Teile des Hilfsmittels U20 enthält. Mit Essigsäure wird der pH-Wert auf 4,5 eingestellt.

60 Das Textilgut wird auf einem Nadelspannrahmen bei 110°C, 120 Sekunden lang zwischengetrocknet und anschliessend bei 195°C, 90 Sekunden lang thermosoliert. Nach reduktiver Nachreinigung erhält man eine egale, farbtiefe, gelbe Färbung mit guten Allgemeinechtheiten.

Beispiel 2

65 Ein Polyester-Baumwoll-Mischgewebe (Mischungsverhältnis 67:33) wird auf dem Foulard, bei Raum-

temperatur, mit einer wässrigen Flotte geklotzt (Flottenaufnahme 60%). Die Flotte enthält (auf 1000 Teile):

25 Teile des roten Farbstoffes C.I. Vat Red 10 (Struktur N° 67000)

10 Teile des roten Farbstoffes C.I. Disperse Red 202 und

10 Teile des Präparates U16.

Mit Essigsäure wird der pH-Wert auf 4,5 eingestellt.

Das imprägnierte Mischgewebe wird während 60 Sekunden bei 110°C getrocknet und danach bei 210°C für 60 Sekunden mit Heissluft behandelt. Bei 60°C während 30 Minuten wird unter Verwendung folgender wässrigen Flotte (Flottenverhältnis 1:5) der Küpenfarbstoff entwickelt. Die Flotte enthält (auf 1000 Teile):

20 Teile 30%-iger Natronlauge

8 Teile Natriumdithionit und

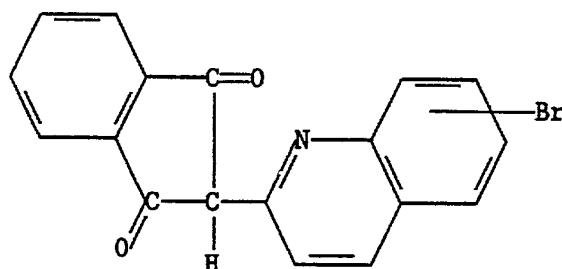
3 Teile eines anionischen Dispergiermittels (Natriumsalz eines β -Naphthalinsulfonsäure-Formaldehyd-Kondensationsproduktes, handelsüblich).

Nach kochendem Seifen (20 Minuten), Spülen und Trocknen wird eine Ware erhalten, bei der die Anteile an Polyester und Baumwolle annähernd Ton-in-Ton rot gefärbt sind. Die Färbungen besitzen bei guter Farbtiefe ein egales Aussehen und gute Allgemeinechtheiten.

Beispiel 3

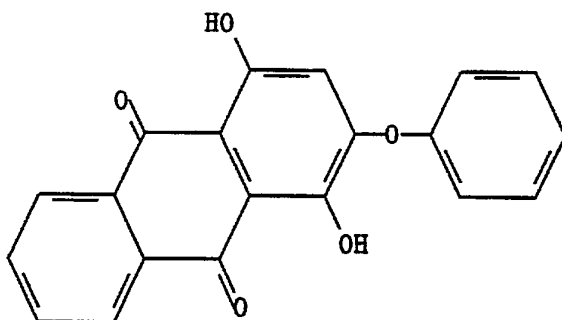
Wickelkörper aus texturierten Polyestergarnen werden auf einem HT-Färbeapparat bei einem Flottenverhältnis von 1:10 mit einer Flotte von 130°C durchströmt, die entmineralisiertes Wasser (pH 4,5, eingestellt mit Essigsäure), 1,5 g/l des Hilfsmittels U17 sowie die folgenden Farbstoffe enthält:

1) 0,46% des Farbstoffes der Formel



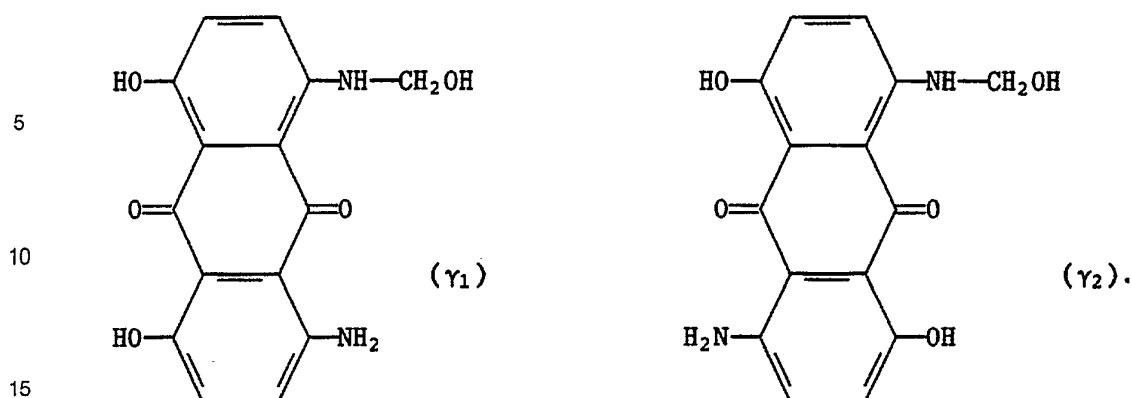
(α),

2) 0,52% des Farbstoffes der Formel



(β),

3) 0,17% des Gemisches aus Farbstoffen der Formeln (γ_1) und (γ_2) (in gleichen Teilen)



Die Durchström-Menge durch den Wickelkörper beträgt 20 l/kg in der Minute. Nach 30 Minuten Behandlung bei 130°C wird abgekühlt, die Flotte abgelassen und reduktiv gereinigt. Es resultiert eine vollkommen egale Braunfärbung mit voller Farbstoffausbeute. Während des Färbens ist die Schaumbildung minim.

Beispiel 4

Ein Polyester-Gewebe (Typ Dacron) wird in einem GASTON-COUNTY Düsenfärbeapparat mit 0,5% des Farbstoffes Foron Rubin SE-GFL unter Zusatz von 2 g/l Ammonsulfat und 2 g/l des Produktes U17 bei pH 5,0 (mit Ameisensäure eingestellt) gefärbt. Das Flottenverhältnis beträgt 1:20. Die Färbung wird bei 20°C begonnen; innert 10 Minuten wird das Färbebad auf 70°C erhitzt. Nach 20 Minuten bei 130°C wird die Färbung beendet. Man erhält ein egal gefärbtes Gewebe.

Beispiel 5

Man verfährt wie im Beispiel 4 beschrieben, mit dem Unterschied, dass anstelle von Foron Rubin SE-GFL Foron Brilliant Blau S-R eingesetzt wird. Man erhält ein egal und sehr brillant blau gefärbtes Gewebe.

Beispiel 6

5 Teile gereinigtes Polyesterfasermaterial werden in einem Hochtemperatur-Färbeapparat (GASTON-COUNTY Düsenfärbeapparat) in 100 Teile einer auf 70°C erhitzten wässrigen Färbeflotte gegeben, die 0,1 Teile eines Handelspräparates (mit Dispergator) des Farbstoffes C.I. Disperse Blue 148, 0,2 Teile des Präparates U23 und 2 Teile Ammonsulfat enthält und mit Ameisensäure auf pH 5 gestellt wurde. Die Färbeapparatur wird geschlossen, im Verlaufe von 20 Minuten auf 130°C erhitzt und 20 Minuten bei dieser Temperatur belassen. Nach dem Abkühlen wird das behandelte Substrat aus dem Färbebad entfernt, gespült, geseift, nochmals gespült und getrocknet. Man erhält so eine völlig egale, tief blaue Färbung mit sehr guten Echtheitseigenschaften.

Beispiel 7

10 Teile Polyesterfasergewebe werden in einem verschlossenen Färbebehälter mit 400 Teilen einer wässrigen Färbeflotte, die 0,05 Teile der Handelsform des Farbstoffs C.I. Disperse Red 73, 0,7 Teile des Präparates U15 und 3 Teile Ammonsulfat enthält und mit Ameisensäure auf pH 5 gestellt wurde, in 30 Minuten von 60°C auf 130°C Innentemperatur erhitzt und 30 Minuten bei dieser Temperatur gefärbt. Nach dem Abkühlen wird das gefärbte Gewebe aus dem Bade genommen, gespült, nochmals gespült und getrocknet. Man erhält so eine perfekt egale rubinrote Färbung mit ausgezeichneten Echtheitseigenschaften.

Beispiel 8

100 Teile Polyesterfasergewebe werden in 4000 Teilen eines auf 40°C erwärmten wässrigen Färbekades gegeben, das 0,2 Teile C.I. Disperse Blue 73, 6 Teile des Präparates U21 und 8 Teile Ammonsulfat enthält und mit Ameisensäure auf pH 5 gestellt wurde. Im Verlaufe von 30 Minuten wird dieses Bad auf 97°C erhitzt und 1 Stunde bei dieser Temperatur belassen. Nach dem Waschen, Spülen und Trocknen erhält man ein egal blau durchgefärbtes Gewebe mit sehr guten Echtheitseigenschaften.

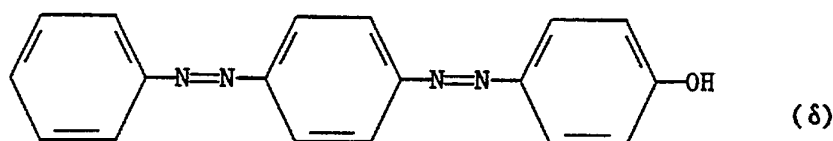
Beispiel 9

Ein Polyesterband (Satin) aus unverstrecktem (1:3,2) und normal verstrecktem (1:3,66) Garn wird in eine auf 60°C erwärmte wässrige Flotte (Flottenverhältnis 1:40) gegeben, die 3,2% des Farbstoffs C.I. Disperse Blue 87, 2 g/l Ammonsulfat, 4 g/l Zitronensäure und 2 g/l des Hilfsmittels U17 enthält, in 45 Minuten auf 130°C erhitzt, 60 Minuten bei dieser Temperatur gefärbt, und dann abgekühlt. Das behandelte Substrat wird gespült und getrocknet. Man erhält so ein einwandfrei egal türkis-blau gefärbtes Band.

Beispiel 10

100 Teile eines zu 50% aus Wolle und zu 50% aus Polyäthylenterephthalat bestehenden Garnes werden in 4000 Teilen eines wässrigen Bades gefärbt, das 2 g/l Ammoniumsulfat enthält und mit Essigsäure auf pH 5,5 eingestellt ist und ferner folgende Zusätze enthält:

0,6 Teile des Farbstoffes der Formel



und 5 Teile des Hilfsmittels U17.

Das Garn wird bei 60°C in das Bad eingegeben, dann treibt man das Bad innerhalb 45 Minuten auf 106°C und färbt während 60 Minuten bei dieser Temperatur. Dann wird abgekühlt, gespült und getrocknet. Man erhält eine egale gelbe Färbung, wobei der Polyesteranteil wesentlich mehr als der Wolleanteil angefärbt ist.

Analog wie die Carrier-Präparate U15, U16, U20, U21 und U23 werden in den obigen Beispielen 1, 2, 5, 6, 7 und 8 ein jedes der übrigen der Carrier-Präparate U1-U27 eingesetzt. Analog wie das Carrier-Präparat U17 werden im Beispiel 3 die Carrier-Präparate U1-U5, U8-U12, U14-U19, U21, U22 und U24-U27 eingesetzt.

In den obigen Beispielen können die Carrier-Präparate (U) direkt in die Flotten zugegeben werden oder vorher zu wässrigen Stammemulsionen verdünnt werden, z.B. hergestellt durch Verdünnen von 10 Teilen des jeweiligen Präparates U1-U27 mit 90 Teilen entmineralisiertem Wasser bei Raumtemperatur.

Patentansprüche

1. N-Alkylphthalimidgemisch (P) bestehend aus:
 - (a) N-(n-Propyl)-phthalimid,
 - (b) N-(sec.C₄₋₆-Alkyl)-phthalimid und
 - (c) N-(n-C₄₋₆-Alkyl)-phthalimid,
 worin das Gewichtsverhältnis (a)/(P) im Bereich von 3/100 bis 14/100 liegt und das Gewichtsverhältnis (b)/(c) im Bereich von 1/10 bis 4/1 liegt.
2. Mit Wasser verdünnbare Präparate (U) gekennzeichnet durch einen Gehalt an Phthalimidgemisch (P) gemäss Anspruch 1 und einem Emulgiersystem (E), und die frei von anderen Phthalimiden sind.
3. Präparate (U) gemäss Anspruch 2, worin das Emulgiersystem (E) mindestens einen Emulgator (e) enthält.
4. Präparate (U) gemäss Anspruch 3, worin (e)
 - (e₁) mindestens ein anionischer Emulgator gegebenenfalls im Gemisch mit
 - (e₂) mindestens einem nicht ionogenen Emulgator ist.
5. Präparate (U) gemäss Anspruch 4, worin (e₁)
 - (e₁₁) ein mindestens teilweise carboxymethylierter, phosphatierter oder sulfatierter Polyalkylenglykoläther eines Kohlenwasserstoff-mono- oder -polyols mit durchschnittlich mindestens 10 Kohlenstoffatomen pro Hydroxygruppe des Mono- oder Polyols
 - (e₁₂) ein Sulfat, Phosphat oder Carboxymethylderivat eines Sorbitan- oder Glycerin-fettsäureesters, worin der Fettrest 12-24 Kohlenstoffatome enthält, oder eines Polyalkylenglykoläthers davon,
 - oder (e₁₃) eine C₁₂₋₂₄-Kohlenwasserstoffsulfonsäure,
 - wobei die Carboxy-, Phosphat- oder Sulfogruppen gegebenenfalls in Salzform vorliegen,
 - oder ein Gemisch solcher Tenside
 - und (e₂)
 - (e₂₁) ein Polyalkylenglykoläther eines Kohlenwasserstoff-mono- oder -polyols mit durchschnittlich mindestens 10 Kohlenstoffatomen pro Hydroxygruppe des Mono- oder Polyols
 - oder (e₂₂) ein Sorbitan- oder Glycerin-fettsäureester, worin der Fettrest 12-24 Kohlenstoffatome enthält, oder ein Polyalkylenglykoläther davon, oder ein Gemisch solcher Tenside sind.

6. Präparate (U) gemäss einem der Ansprüche 3 bis 5, gekennzeichnet durch einen Gehalt an (P), (e) und

(h) mindestens einem lipophilen nicht-ionogenen Emulgierhilfsmittel.

7. Präparate (U) gemäss einem der Ansprüche 2 bis 6 im wesentlichen bestehend aus (E) und (P),
5 sowie gegebenenfalls zusätzlicher Base.

8. Zur Herstellung von Präparaten (U) gemäss Anspruch 6 geeignete, von anderen als in Anspruch 1 definierten Phthalimiden freie Präparate gekennzeichnet durch einen Gehalt an Phthalimidgemisch (P) gemäss Anspruch 1 und (h), definiert wie in Anspruch 6.

9. Carrier-Präparate gekennzeichnet durch einen Gehalt an (P), definiert wie in Anspruch 1, als carrier-aktive Substanz und mindestens einem weiteren Carrier (Q), aber frei von anderen Phthalimiden als
10 in (P) definiert.

10. Carrier-Präparate gemäss Anspruch 9 zusätzlich enthaltend (e) und/oder (h) definiert wie in den Ansprüchen 3 und 6.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65