



Europäisches Patentamt

⑯

European Patent Office

Office européen des brevets

⑯ Veröffentlichungsnummer: **0017618**  
B1

⑯

## EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

⑯ Veröffentlichungstag der Patentschrift:  
**02.03.83**

⑯ Int. Cl. 3: **D 06 L 3/12, D 06 P 3/54,**  
**C 11 D 3/42, C 11 D 3/40**

⑯ Anmeldenummer: **80810098.6**

⑯ Anmeldetag: **24.03.80**

⑯ Verfahren zum optischen Aufhellen von Polyesterfasern im Ausziehverfahren.

⑯ Priorität: **29.03.79 CH 2919/79**

⑯ Patentinhaber: **CIBA-GEIGY AG, Patentabteilung**  
**Postfach, CH-4002 Basel (CH)**

⑯ Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**15.10.80 Patentblatt 80/21**

⑯ Erfinder: **Schürings, Willy, Socinstrasse 75,**  
**CH-4051 Basel (CH)**  
Erfinder: **Anceschi, Italo, Lachmattstrasse 73,**  
**CH-4132 Muttenz (CH)**  
Erfinder: **Reinert, Gerhard, Dr., Weiherweg 1/7,**  
**CH-4123 Allschwil (CH)**

⑯ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:  
**02.03.83 Patentblatt 83/9**

⑯ Benannte Vertragsstaaten:  
**CH DE FR GB**

⑯ Entgegenhaltungen:

**FR-A-2 147 130**

**FR-A-2 394 637**

**US-A-2 930 760**

**US-A-3 748 093**

**DERWENT JAPANESE PATENTS REPORT, Band**  
**U, Nr. 50, 15. Januar 1974, Sektion F, Seite 8,**  
**London, G. B.**

**EP 0017618 B1**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingeleitet, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## Verfahren zum optischen Aufhellen von Polyesterfasern im Ausziehverfahren

Die vorliegende Erfindung betrifft ein neues, verbessertes Verfahren zum optischen Aufhellen von Polyesterfasern im Ausziehverfahren mit Hilfe von üblichen Polyesterlaufhellern unter Mitverwendung von Nuancierfarbstoffen.

Beim Bleichen und optischen Aufhellen ist es eine oft geübte Methode, zur Verbesserung des Bleich- bzw. Aufhelleffektes Violett- oder Blaufarbstoffe mitzuverwenden. Wird ein derartiger Farbstoff gemeinsam mit einem optischen Aufheller appliziert, kann dies zwei verschiedenen Zwecken dienen: einerseits kann eine Weißgradsteigerung durch Kompensation des Gelbanteiles der Faser angestrebt werden, wobei der durch den Aufheller auf der Faser erzeugte Farbton weitgehend beibehalten wird. Andererseits kann mit besagtem Farbstoff eine Änderung der Nuance des durch den Aufheller auf der Faser erzeugten Farbtons angestrebt werden, wobei auch hier versucht wird, zusätzlich noch eine Weißgradsteigerung zu erreichen. Man kann damit die jeweils gewünschte Nuance des Weißes einstellen.

Besonders interessante Weißeffekte sind so auf Fasermaterialien mit hohem Grundweiß zu erreichen, bei denen die Erreichung eines geringen Zuwachses an Helligkeit (Weißgrad) einen erheblichen Mehraufwand im Bleich- bzw. Aufhellprozeß bedeutet. Man setzt zur Nuancierung kleine Mengen an Farbstoff, in der Regel etwa 0,0025 – 2,5%, vorzugsweise 0,025 – 1,25%, bezogen auf die eingesetzte Menge an Aufheller, zu. Verfahrenstechnisch bereitet die Nuancierung von kontinuierlich herstellbaren optischen Aufhellungen (z. B. im Foulardthermverfahren) im allgemeinen keine Schwierigkeiten. Die Nuancierung, z. B. mit Dispersionsfarbstoffen, von optischen Aufhellungen nach dem Ausziehverfahren ist hingegen häufig mit erheblichen Egalitätsproblemen behaftet. Als nahezu unmöglich erwies sich bisher die Nuancierung von optischen Aufhellungen mit Hilfe des Ausziehverfahrens auf Polyesterfasern, wenn dem Echtheitsstandard des Aufhellers angepaßte Dispersionsfarbstoffe als Nuancierfarbstoffe verwendet wurden. Die übliche Aufhellung, aber auch das Färben von Polyesterfasern nach dem Ausziehverfahren wird üblicherweise aus schwach sauren bis neutralen Bädern vorgenommen. Auf diese Weise erhält man, wenn neben dem Aufheller ein Nuancierfarbstoff mitverwendet wird, stark unegale Aufhellungen, da der Farbstoff sich rasch auf der Faser ablagert und so das Gewebe an bestimmten Stellen zu stark anfärbt. Es wurde auch schon versucht, diesem Nachteil durch Zusatz von Egalisiermitteln zu begegnen. Dadurch konnte aber einerseits keine vollständige Behebung des Problems erreicht werden, andererseits wird das Verfahren durch die Notwendigkeit des Einsatzes von teuren Egalisiermitteln unwirtschaftlicher.

Es wurde nun ein neues, verbessertes Verfahren gefunden, das die eben beschriebenen Nachteile der bekannten Verfahren auf einfache Art vollständig beseitigt.

Das erfindungsgemäße Verfahren zum optischen Aufhellen von Polyesterfasern im Ausziehverfahren durch Behandlung der Fasern in einer wässrigen, einen oder mehrere unter den Applikationsbedingungen beständige und auf das Substrat aufziehende Polyesterlaufheller und eine kleine Menge eines blauen bis violetten Dispersionsfarbstoffes oder Mischungen solcher Farbstoffe als Nuancierfarbstoff enthaltenden Dispersion ist dadurch gekennzeichnet, daß man die Behandlung in besagter Dispersion bei einem pH-Wert von über 9 vornimmt.

Prinzipiell ist keine Beschränkung des pH-Wertes nach oben nötig. Auch Alkalimengen, die zu einem pH-Wert von über 14 in der Dispersion führen, beeinträchtigen die Egalität der Aufhellung nicht. Eine obere Grenze ist allenfalls aus wirtschaftlichen Überlegungen heraus gegeben. Eine obere Grenze der Alkalität wäre beispielsweise durch die Verfahrensbedingungen des »Schälprozesses« des Polyestermaterials gegeben (beispielsweise bei einer Konzentration von 10 – 20 g/l NaOH).

Vorzugsweise weist die Dispersion einen pH-Wert zwischen 11 und 14, z. B. zwischen 11 und 13,5, insbesondere zwischen 11 und 12,5, auf.

Der pH-Wert wird durch eine geeignete alkalische Substanz, vorzugsweise durch Alkalihydroxide, insbesondere durch KOH, vor allem aber NaOH eingestellt.

Die Behandlung erfolgt in der üblichen Weise bei einer Temperatur zwischen Raumtemperatur und 140°C, insbesondere zwischen 50° und 130°C. Vorteilhaft wird mit dem Fasermaterial bei tieferer Temperatur (z. B. 50°C) eingegangen, woraufhin die Temperatur gesteigert wird (z. B. auf 120°C).

Um ein optimales Aufziehen des Aufhellers auf die Faser zu gewährleisten, wird in der Praxis vorzugsweise unter Hochtemperatur (HT)-Bedingungen gearbeitet, das heißt, die Behandlung der Fasern erfolgt in einem üblichen HT-Färbeapparat oberhalb von 100°C, beispielsweise zwischen 100 und 130°C, z. B. bei 120°C.

Eine weitere Möglichkeit, das Aufziehen des Aufhellers auf die Faser zu erleichtern, ist der Zusatz eines in der Färbereipraxis üblichen Carriers zum Behandlungsbad. Bei Carrierzusatz ist es auch möglich, bei tieferen Temperaturen sehr gute Resultate zu erzielen, beispielsweise unter 100°C. Aber auch mit Carrier-Zusatz kann unter HT-Bedingungen gearbeitet werden. Als Carrier kommen die in der Färbereipraxis üblichen in Betracht, z. B. aromatische Kohlenwasserstoffe, aromatische Halogenkohlenwasserstoffe sowie Ester und Äther von aromatischen Carbonsäuren. Bevorzugte Carrier sind Dichlor- und Trichlorbenzole, gegebenenfalls auch Diphenyl sowie Mischungen der genannten Substanzen.

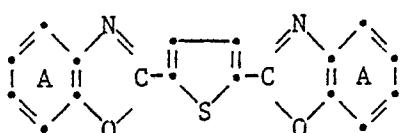
Die Dauer der Behandlung der Textilien in der Aufhellerdispersion kann in weiten Grenzen schwanken, jedoch ist eine Applikationsdauer von mindestens 20 bis 30° Minuten vorteilhaft.

Die Menge an Aufheller (Reinsubstanz) in der Dispersion kann, je nach verwendetem Aufheller, zwischen 0,002 und 0,5%, bezogen auf das aufzuhellende Material, schwanken.

Die Menge an Nuancierfarbstoff (reiner Farbstoff) beträgt, je nach Farbstoff und der gewünschten Nuance, etwa 0,0025–2,5%, vorzugsweise 0,025–1,25%, bezogen auf die eingesetzte Menge an Aufheller (Reinsubstanz). 5

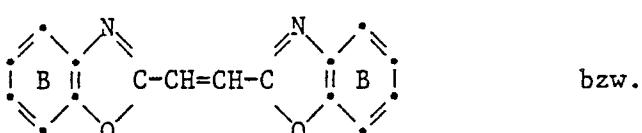
Als Aufheller werden die üblichen PolyesterAufheller verwendet, die in der Praxis gemeinsam mit Nuancierfarbstoffen appliziert werden. Es sind dies meist Benzoxazol-, Stilben- und Naphthalimid-Aufheller. 10

Von den Benzoxazol-Aufhellern sind z. B. bis-Benzoxazol-, Styryl- oder Stilbenyl-benzoxazoltypen zu erwähnen, besonders Verbindungen der Formeln

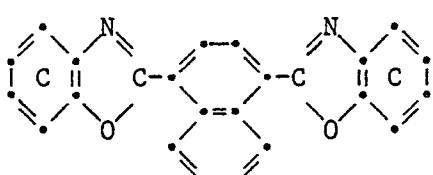


15

20



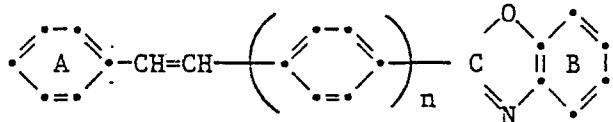
25



30

35

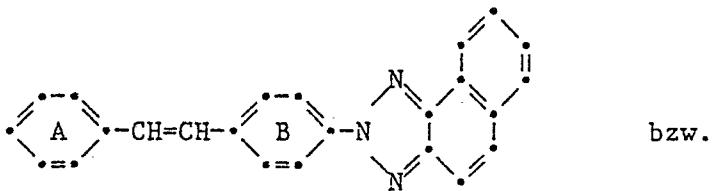
wobei die Ringe A, B und C noch einfache Reste, wie niedere Alkyl- oder Alkoxygruppen oder Chloratome enthalten können, vor allem das 2,5-bis-Benzoxazol-2-yl-thiophen, das 2,5-bis-(5-Methyl-benzoxazol-2-yl)-äthylen und das 1,4-bis-Benzoxazol-2-yl-naphthalin; oder der Formel 40



45

worin n 0 oder 1 bedeutet und die Ringe A und B weitersubstituiert sein können, z. B. mit Alkyl, Alkoxy, Phenyl, Chlor, Cyano, Carboxy und dessen Derivaten, z. B. die Verbindungen: 4-Phenyl-4'-(5-t-butyl-benzoxazol-2-yl)stilben, 4-Phenyl-4'-(5,8-dimethylbenzoxazol-2-yl)stilben, 5,6-Dimethyl-2-(4-methoxy-carbonyl-styryl)benzoxazol und 5,6-Dimethyl-2-(4-cyanostyryl)benzoxazol. 50

Von den Stilben-Aufhellern seien solche der Formeln



55

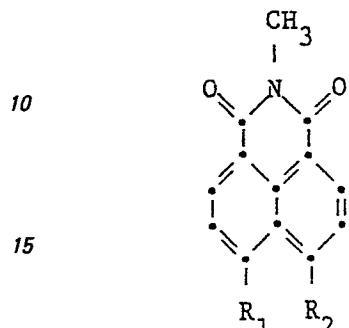
60



65

worin die Ringe A, B und C verschiedene Substituenten tragen können, wie z. B. Alkyl, Alkoxy, Chlor, Cyano, Carboxy und dessen Derivate usw., zu erwähnen, insbesondere die Verbindungen 2-Cyano-4-(naphtho[1,2-d]v-triazol-2-yl)-4'-chlorstilben, 4-(Naphtho[1,2-d]v-triazol-2-yl)-4'-methoxy-carbonylstilben, sowie 1,4-bis-(2-Cyanostyryl)benzol.

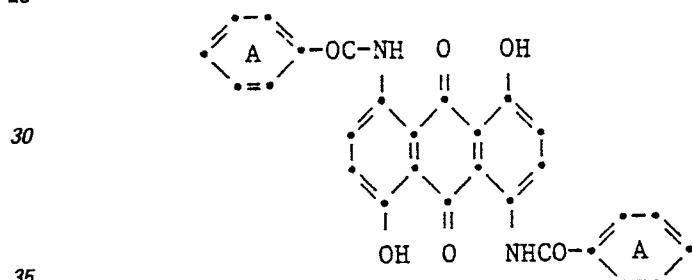
- 5 Von den Naphthalimid-Aufhellern sind solche der Formel



- 20 worin R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> Wasserstoff oder Alkoxy bedeuten, zu erwähnen, insbesondere solche, worin R<sub>1</sub> Wasserstoff und R<sub>2</sub> Methoxy bedeuten oder worin R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> jeweils für Äthoxy stehen.

Als Nuancierfarbstoffe werden blaue bis violette Dispersionsfarbstoffe verwendet, die natürlich für eine Behandlung in einer alkalischen Flotte geeignet sein müssen. Bevorzugt werden Acylaminoanthrachinonfarbstoffe verwendet, insbesondere solche der Formel

- 25



worin die Benzolringe A gegebenenfalls substituiert sein können, z. B. durch Alkyl, Alkoxy, Halogen usw. Besonders gut eignen sich dabei solche Farbstoffe, deren Benzolringe A unsubstituiert sind oder in para-Stellung mit Chlor oder Methoxy substituiert sind.

- 40 Die wässrige Dispersion enthält neben dem (den) optischen Aufheller(n) und dem (den) Nuancierfarbstoff(en) vorteilhaft zusätzlich einen oder mehrere Dispergatoren und gegebenenfalls noch Netz-, Stabilisier- und/oder weitere übliche Färbereihilfsmittel.

Als Dispergatoren kommen unter anderen in Betracht: Alkalimetallsalze, besonders Natriumsalze von Alkyl- oder Alkylarylsulfonsäuren und -carbonsäuren, Alkalimetallsalze, besonders Natriumsalze

- 45 von Kondensationsprodukten aus Arylsulfonsäuren mit Formaldehyd, makromolekulare Stoffe, welche sich zum Verflüssigen und Dispergieren eignen, Carboxylate vom Typ der polymerisierten Maleinsäure oder polymerisierten Acrylsäure und Copolymerisate aus Maleinsäure mit Allylacetat. Als Beispiele solcher Dispergatoren sind zu erwähnen: Laurylsulfat Na-Salz, Oleylsulfat Na-Salz,

- 50 Oleylsulfat Diäthanolaminsalz, Benzylnaphthalinsulfosaures Na, Di-(2-sulfo-1-naphthyl)-methan Di-Na-Salz, m-Xylolsulfosaures Na, Dodecylbenzolsulfosaures-Na-Salz, Dodecylbenzolsulfosaures Diäthanolamin, Diisopropylnaphthalinsulfosaures Na, Di-n-butylnaphthalinsulfosaures Na, n-Propyl-n-hexyl-naphthalinsulfosaures Na, N-Oleylmethyltaurin Na-Salz, Na-Salz des Kondensationsproduktes aus Naphthalinsulfosäure und Formaldehyd, Sulfanilsäure-Na-Salz, Benzolsulfosäure-Na-Salz, Cumolsulfosäure-Na-Salz, Toluolsulfosäure-Na-Salz, oxäthylierte Harzkörper, N-Polyvinylpyrrolidon,

- 55 Sulfitcelluloseablauge (CaO-frei), Stärkeäther und Polysaccharide. Besonders bevorzugt als Dispergatoren sind aber nichtionogene, wasserlösliche äthoxylierte bzw. propoxylierte Fettalkohole und Alkylphenole sowie Fettalkoholpolyglykoläther, z. B. Alkanole, Alkenole (C<sub>8</sub> – C<sub>22</sub>) mit verschiedenen Mengen an Äthyleneoxy- bzw. Propyleneoxygruppen, Alkyl- oder Arylpolyglykoläther mit bis zu 50 Äthyleneoxy- bzw. Propyleneoxygruppen, etwa Octyl-, Nonyl- oder Dodecylphenolpolyglykoläther.

- 60 Die einzelnen Bestandteile können getrennt in das Behandlungsbad eingebracht werden, welches bereits alkalisch ist oder erst anschließend auf dem gewünschten pH-Wert eingestellt wird.

- 65 Vorzugsweise liegt jedoch eine konzentrierte, lagerstabile Stammdispersion des (der) optischen Aufheller(s) und des (der) Nuancierfarbstoffe(s) vor. Derartige Dispersionsen enthalten Aufheller und Farbstoff im gewünschten Verhältnis. Sie werden durch Einbringen von Aufheller und Farbstoff,

vorzugsweise gemeinsam mit einem Dispergator, in eine kleine Menge Wasser hergestellt. Vorteilhaft ist es, wenn man diese Dispersion noch einer Mahlung unterwirft (z. B. in einer Kugelmühle), um Teilchengrößen von kleiner als 10  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise kleiner als 2  $\mu\text{m}$ , zu erhalten.

Von dieser Stammdispersion kann dann ein Teil (berechnet auf die gewünschte Aufhellermenge im Bad) in das Behandlungsbad eingebracht werden, das gegebenenfalls noch einen Dispergator und/oder andere Hilfsmittel enthält. Nach Einstellung des gewünschten pH-Wertes können Polyesterfasern in Form von Garn, Gewebe usw. in den entsprechenden dafür geeigneten Färbeapparaturen mit der so erhaltenen Dispersion behandelt werden.

Sofern ein chloritbeständiger Nuancierfarbstoff verwendet wurde, kann im Aufhellungsbad anschließend direkt gebleicht werden. Vorzugsweise gibt man hierzu der Flotte Natriumchlorid bei, säuert das alkalische Bad an und erhitzt anschließend etwa auf Kochtemperatur.

Unter »Polyesterfasern« sind in der vorliegenden Anmeldung selbstverständlich auch Polyesterfasern in Mischgeweben, z. B. in Mischgeweben Polyester/Baumwolle zu verstehen. Die nuancierte Aufhellung von solchen Mischgeweben nach dem erfundungsgemäßen Verfahren kann auch vorteilhaft mit dem Aufhellen des Baumwollanteiles, mit dem Bleichen (z. B. mit Peroxid) und/oder den verschiedenen üblichen Ausrüstungs- und Veredelungsprozessen (z. B. Knitterfest-, wash and wear-, Weichgriff- und anderen Ausrüstungen) kombiniert werden.

Die folgenden Beispiele dienen der näheren Erläuterung des erfundungsgemäßen Verfahrens, ohne es jedoch darauf zu beschränken.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

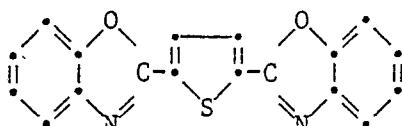
60

65

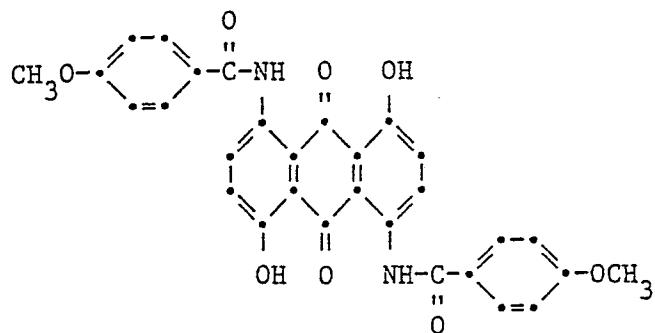
### Beispiel 1

#### a) Herstellung einer Aufheller-Stammdispersion

20 g des optischen Aufhellers der Formel



werden mit 20 mg des violetten Pigmentfarbstoffes der Formel



ersetzt, zusammen mit 20 g eines Anlagerungsproduktes von 35 Äthylenoxidgruppen an 4-Nonylphenol in 40 ml Wasser gegeben, gemischt und mit 50 g Quarzkugeln von 1 mm Durchmesser in einer Kugelmühle während ca. 24 Stunden gemahlen. In der resultierenden Dispersion haben die Teilchen einen Durchmesser von  $\leq 2 \mu\text{m}$ . Die Dispersion wird von den Quarzkugeln durch Filtration durch ein engmaschiges Sieb abgetrennt und mit einer Lösung von 1 g Carboxymethylcellulose in 19 ml Wasser versetzt. Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

#### b) Aufhellung

0,4 g der unter a) beschriebenen Stammdispersion und 0,2 g eines Dispergators (Anlagerungsprodukt von 35 Äthylenoxidgruppen an Stearylalkohol) werden mit 400 ml Wasser zu einer Dispersion verarbeitet und letztere mit 0,8 ml NaOH 30% alkalisch gemacht.

40 g Polyester-Stapelgewebe (gewaschen und 20 Sekunden thermofixiert bei 180°C) werden als Gewebeband von ca. 250 x 12 cm gleichmäßig auf Spulenhülsen gewickelt und in einem HT-Färbeapparat mit der eben beschriebenen Dispersion behandelt. Die Flotte hatte dabei einen Anfangs-pH-Wert von 11,5. Zu Beginn der Behandlung beträgt die Temperatur 50°C, danach wird

## 0 017 618

innerhalb von 30 Minuten auf 130°C erhitzt und anschließend 30 Minuten bei dieser Temperatur belassen. Hierauf wird auf 70°C abgekühlt, die Flotte abgelassen, das Gewebe zweimal warm gespült und in einem Trockenschrank bei 80°C 5 Minuten lang getrocknet.

Das aufgeheilte Gewebe weist einen hohen Weißgrad von einwandfreier Egalität auf.

5

### Vergleich

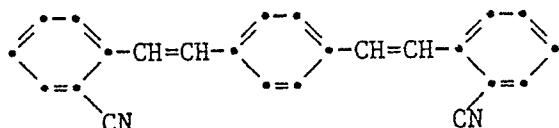
10 Zu Vergleichszwecken wird der Versuch wiederholt, jedoch werden der Dispersion nicht 0,8 ml NaOH 30%, sondern 0,2 ml Essigsäure 80% beigegeben (pH-Wert der Flotte: 5,5). Auf diese Weise wird die Aufhellung nach der herkömmlichen Methode durchgeführt. Man erhält nach dem Trocknen ein Gewebe, das eine sehr starke Unegalität aufweist und daher unbrauchbar ist. Der Nuancierfarbstoff ist weitgehend im Innenteil des Stoffbandes abgelagert.

15

### Beispiel 2

Analog Beispiel 1 a) wird aus 20 g des Aufhellers der Formel

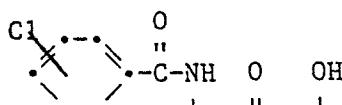
20



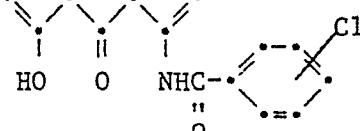
25

und 20 mg des Pigmentfarbstoffes der Formel

30



35



40

eine stabile Dispersion bereitet.

0,4 g dieser Stammdispersion werden, wie in Beispiel 1 b) beschrieben, zu einer Flotte verarbeitet (pH-Wert ca. 11,5) und damit in der dort angegebenen Weise 40 g Polyester-Stapelgewebe aufgeheilt.

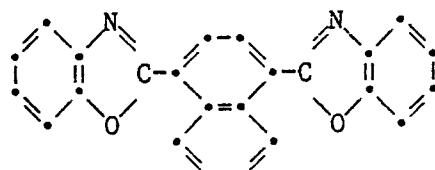
Das behandelte Gewebe weist ebenfalls einen hohen Weißgrad von einwandfreier Egalität auf.

45

### Beispiel 3

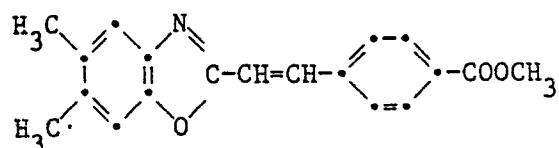
50 Verfährt man völlig analog zu Beispiel 2, verwendet jedoch als Aufheller eine Mischung der beiden Verbindungen der Formeln

55



und

60

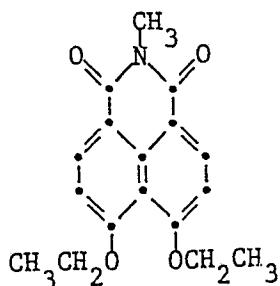


so kommt man ebenfalls zu einem stark aufgehellten Polyesterergewebe von einwandfreier Egalität.

## Beispiel 4

5

Wiederholt man Beispiel 2, setzt jedoch als Polyesterlaufheller jenen der Formel



10

15

ein, so erhält man ebenfalls ein stark aufgehelltes Polyesterergewebe von ausgezeichneter Egalität.

20

## Beispiel 5

25

0,4 g der in Beispiel 1 a) beschriebenen Stammdispersion und 0,2 g eines Dispersors (Anlagerungsprodukt von 35 Äthylenoxidgruppen an Stearylalkohol) werden mit 400 ml Wasser zu einer Dispersion verarbeitet und letztere mit 0,8 ml NaOH 30% alkalisch gemacht.

30

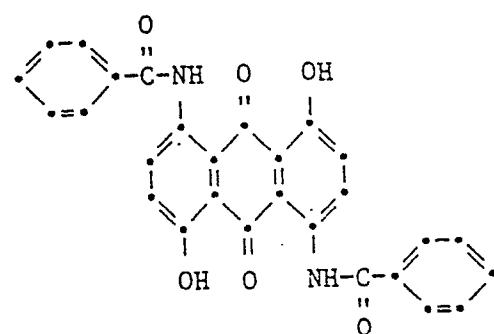
40 g Polyester-Stapelgewebe (gewaschen und 30 Sekunden thermofixiert bei 180°C) werden als Gewebeband von ca. 250 × 12 cm gleichmäßig auf Spulenhülsen gewickelt und in einem HT-Färbeapparat mit der eben beschriebenen Dispersion behandelt. Die Flotte hatte dabei einen Anfangs-pH-Wert von 11,5. Man gibt das Gewebe bei 50°C ein und erhitzt die Flotte in 30 Minuten auf 120°C, behandelt 15 Minuten bei dieser Temperatur, kühlt auf 70°C ab, setzt 0,8 g Natriumchlorid 80% zu und stellt die Flotte mit 1,4 ml Ameisensäure 85% auf einen pH-Wert von 3–4 ein. Man erhitzt in 20 Minuten auf ca. 100°C, behandelt 30 Minuten bei dieser Temperatur, lässt anschließend die Flotte ab, spült und trocknet. Das Gewebestück ist einwandfrei egal und weist einen hohen Weißgrad auf.

35

## Beispiel 6

40

Ersetzt man in den Beispielen 1 bis 5 den jeweiligen Farbstoff durch die gleiche Menge des Farbstoffes der Formel



45

50

55

und verfährt ansonsten genau nach den dort angegebenen Vorschriften, so erhält man ebenfalls jeweils Polyesterergewebe von hohem Weißgrad und einwandfreier Egalität.

## Patentansprüche

60

1. Verfahren zum optischen Aufhellen von Polyesterfasern im Ausziehverfahren durch Behandlung der Fasern in einer wässrigen, einen oder mehrere unter den Applikationsbedingungen beständige und auf das Substrat aufziehende Polyesterlaufheller und eine kleine Menge eines blauen bis violetten Dispersionsfarbstoffes oder Mischungen von solchen Farbstoffen als Nuancierfarbstoff enthaltenden

65

Dispersion, dadurch gekennzeichnet, daß man die Behandlung in besagter Dispersion bei einem pH-Wert von über 9 vornimmt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Dispersion verwendet, die einen pH-Wert zwischen 11 und 14, insbesondere zwischen 11 und 12,5, aufweist.

5 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Nuancierfarbstoff in einer Menge von 0,025 bis 1,25%, bezogen auf den eingesetzten Polyesterlaufheller, verwendet wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als Aufheller einen üblichen Benzoxazol-, z. B. einen bis-Benzoxazol-, Styryl- oder Stilbenyl-benzoxazol-, einen Triazolyl- oder Styrylstilben- oder einen Naphthalimid-Polyesterlaufheller oder Mischungen dieser Aufheller verwendet.

10 5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als Nuancierfarbstoff einen blauen bis violetten Farbstoff aus der Klasse der Acylaminoanthrachinone verwendet.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Dispersion verwendet, die neben dem Aufheller und dem Nuancierfarbstoff noch einen oder mehrere übliche Dispergatoren und gegebenenfalls Netz-, Stabilisier- und weitere übliche Färbereihilfsmittel enthält.

15 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man von einer konzentrierten Stammdispersion, die den optischen Aufheller, den Nuancierfarbstoff und einen Dispergator enthält, wobei die Teilchengröße kleiner als 2  $\mu\text{m}$  ist, einen Anteil in ein Bad einbringt, das einen Dispergator enthält und mit NaOH auf den gewünschten pH-Wert eingestellt wurde, und mit dem erhaltenen Bad Polyestergewebe in der üblichen Weise behandelt.

20 8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Gewebe anschließend im selben Bad auch gebleicht wird, vorzugsweise mit Natriumchlorit.

9. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung der Polyesterfasern mit der alkalischen Aufhellerdispersion unter Hochtemperatur (HT)-Bedingungen erfolgt.

25 10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man eine alkalische Aufhellerdispersion verwendet, die einen in der Färbereipraxis üblichen Carrier enthält.

### Claims

- 30 1. A process for whitening polyester fibres by the exhaust method by treating said fibres in an aqueous dispersion containing one or more fluorescent whitening agents for polyester which have affinity for the substrate and are stable under the application conditions, and a small amount of a blue or violet disperse dye, or a mixture thereof, as shading dye, which process comprises carrying out the treatment in said dispersion at a pH value above 9.
- 35 2. A process according to claim 1, which comprises the use of a dispersion which has a pH value between 11 and 14, especially between 11 and 12,5.
3. A process according to claim 1, wherein the shading dye is used in an amount of 0,025 to 1,25%, based on the fluorescent whitening agent employed.
- 40 4. A process according to claim 1, wherein the fluorescent whitening agent employed is a conventional benzoxazole, e. g. a bis-benzoxazole, styryl- or stilbenylbenzoxazole, a triazolyl- or styrylstilbene or a naphthalimide fluorescent whitening agent for polyester, or a mixture thereof.
5. A process according to claim 1, wherein the shading dye is a blue or violet dye of the class of the acylaminoanthraquinones.
- 45 6. A process according to any one of claims 1 to 5, which comprises the use of a dispersion which, in addition to containing the fluorescent whitening agent and the shading dye, also contains one or more conventional dispersing agents and optionally wetting agents, stabilisers and further customary dyeing assistants.
- 50 7. A process according to any one of claims 1 to 5, which comprises adding an amount of a concentrated dispersion which contains the fluorescent whitening agent, the shading dye and a dispersant, and which has a particle size smaller than 2  $\mu\text{m}$ , to a bath which contains a dispersant and has been adjusted with NaOH to the desired pH value, and treating polyester material with said bath in the conventional manner.
- 55 8. A process according to claim 1, wherein the material is subsequently also bleached in the same bath, preferably with sodium chlorite.
9. A process according to claim 1, wherein the treatment of the polyester fibres with the alkaline fluorescent whitening agent dispersion is carried out under high temperature conditions.
10. A process according to claim 1, which comprises the use of an alkaline fluorescent whitening agent dispersion which contains a carrier customarily employed in dyeing.

60

### Revendications

- 65 1. Procédé d'azurage optique de fibres en polyester par épuisement du bain par traitement des fibres dans une dispersion aqueuse, contenant un ou plusieurs azurants de polyester stables dans les

conditions d'application et se fixant sur le substrat et une petite quantité d'un colorant de dispersion bleu à violet ou de mélanges de tels colorants comme colorant de nuanciation, caractérisé par le fait que l'on réalise le traitement dans ladite dispersion à une valeur du pH supérieure à 9.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on utilise une dispersion qui présente une valeur du pH comprise entre 11 et 14, en particulier entre 11 et 12,5. 5

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on utilise le colorant de nuanciation en une quantité comprise entre 0,025 et 1,25%, par rapport à l'azurant de polyester utilisé.

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on utilise comme azurant un azurant de polyester habituel benzoxazolique, par exemple un azurant bis-benzoxazolique, styryl- ou stilbényl-benzoxazolique, triazolylique ou styrylstilbénique ou un azurant naphtalimidique ou des mélanges de ces azurants. 10

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on utilise comme colorant de nuanciation un colorant bleu à violet de la classe des acylaminoanthraquinones.

6. Procédé selon une des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait que l'on utilise une dispersion qui contient à côté de l'azurant et du colorant de nuanciation encore un ou plusieurs émulsionnants usuels et éventuellement des agents de dispersion, stabilisants et autres agents auxiliaires habituels. 15

7. Procédé selon une des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait que l'on introduit une partie d'une dispersion de base concentrée, qui contient l'azurant optique, le colorant de nuanciation et un émulsionnant, la grosseur des particules étant inférieure à 2 µm, dans un bain qui contient un émulsionnant et qui a été ajusté à la valeur souhaitée du pH avec NaOH, et que l'on traite de la manière habituelle avec le bain obtenu les tissus en polyester. 20

8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on blanchit ensuite le tissu dans le même bain, de préférence avec du chlorite de sodium.

9. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le traitement des fibres en polyester est réalisé avec la dispersion alcaline d'azurant dans des conditions de haute température (HT). 25

10. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on utilise une dispersion alcaline d'azurant qui contient un véhiculier usuel dans la pratique de teinture.

30

35

40

45

50

55

60

65