



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑪ CH 653 068 A5

⑤① Int. Cl.⁴: D 06 P 1/651
D 06 P 1/56

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ PATENTSCHRIFT A5

⑫① Gesuchsnummer: 7402/82

⑫② Anmeldungsdatum: 20.12.1982

⑫③ Priorität(en): 02.01.1982 DE 3200003
03.05.1982 DE 3216462
12.07.1982 DE 3226053

⑫④ Patent erteilt: 13.12.1985

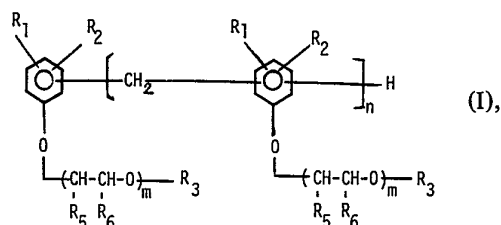
⑫⑤ Patentschrift veröffentlicht: 13.12.1985

⑦③ Inhaber:
Sandoz AG, Basel

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

⑤④ Hilfsmittel für das Färben mit Dispersionsfarbstoffen.

⑤⑦ Das Hilfsmittel für das Färben mit Dispersionsfarbstoffen enthält eine oder mehrere Novolak-Verbindungen der Formel

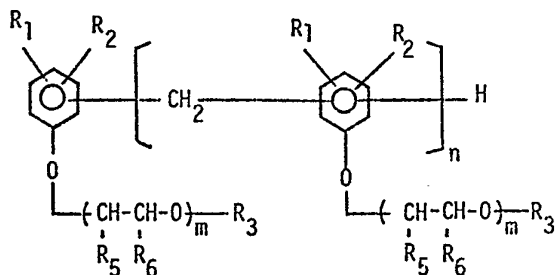


R_5 und R_6 Wasserstoff, oder eines Wasserstoff und bis zu max. 60% des anderen Methyl, der Rest Wasserstoff,
alle m unabhängig voneinander, eine ganze Zahl von 4 bis 20
und n eine ganze Zahl von 1 bis 9 bedeuten.

worin R_1 C₄₋₁₄-Alkyl,
 R_2 Wasserstoff oder C₁₋₁₀-Alkyl,
wobei R_1 und R_2 zusammen 6-18 Kohlenstoffatome enthalten,
alle R_3 0,5 bis n Gruppen der Formel -SO₃R₄,
-CH₂COOR₄ oder -PO(OH)₂, der Rest Wasserstoff,
 R_4 Wasserstoff, ein Alkalimetall, ein Äquivalent Erdalkalimetall, Ammonium oder eine organische Base,

PATENTANSPRÜCHE

1. Hilfsmittel für das Färben mit Dispersionsfarbstoffen, dadurch gekennzeichnet, dass sie eine oder mehrere Novolak-Verbindungen der Formel I



worin R_1 C_{4-14} -Alkyl,

R_2 Wasserstoff oder C_{1-10} -Alkyl, wobei

R_1 und R_2 zusammen 6–18 Kohlenstoffatome enthalten, alle

R_3 0,5 bis n Gruppen der Formel $-SO_3R_4$, $-CH_2COOR_4$ oder $-PO(OH)_2$, der Rest Wasserstoff,

R_4 Wasserstoff, ein Alkalimetall, ein Äquivalent Erdalkalimetall, Ammonium oder eine organische Base,

R_5 und R_6 Wasserstoff, oder eines Wasserstoffs und bis zu max. 60% des anderen Methyl, der Rest Wasserstoff, alle m unabhängig voneinander, eine ganze Zahl von 4 bis 20 und

n eine ganze Zahl von 1 bis 9 bedeuten, enthalten.

2. Hilfsmittel gemäss Anspruch 1, enthaltend eine oder mehrere Novolak-Verbindungen der Formel I, worin

R_1 n - C_{6-12} -Alkyl, in para-Stellung zum Äthylenoxid-Substituenten,

R_2 Wasserstoff oder C_{1-6} -Alkyl, alle

R_3 zusammen 0,5 bis $\frac{n}{2}$, vorzugsweise 1 bis $\frac{n}{2}$ -Gruppen der Formel $-SO_3R_4$ oder $-CH_2COOR_4$, der Rest Wasserstoff,

R_4 Wasserstoff, Ammonium, Natrium, Kalium oder ein Magnesium- oder Calciumäquivalent, vorzugsweise Wasserstoff oder Natrium,

R_5 und R_6 Wasserstoff, oder eines Wasserstoffs und bis zu max. 40% des anderen Methyl, Rest Wasserstoff, alle m unabhängig voneinander eine ganze Zahl von 6 bis 15 und

n eine ganze Zahl von 1 bis 6 bedeuten.

3. Hilfsmittel nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass sie zusätzlich einen oder mehrere Farbstoffüberträger aus der Reihe der über 140 °C siedenden Alkylbenzole enthalten.

4. Hilfsmittel gemäss Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass sie die Alkylbenzole mit einem Siedebereich zwischen 145 und 280 °C enthalten.

5. Hilfsmittel nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass sie zusätzlich einen oder mehrere mit gegebenenfalls im Benzolkern bis zu drei Substituenten aus der Reihe Chlor, C_{1-3} -Alkyl und/oder C_{1-2} -Alkoxy tragender Benzoesäure ein- oder mehrmals veresterte zwei- oder mehrwertige Alkohole oder Ätheralkohole enthalten.

6. Hilfsmittel gemäss Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die mit gegebenenfalls substituierten Benzoesäure veresterten Alkohole solche aus der Reihe der C_{2-8} -Dialkohole, Glycerin, Pentaerythrit oder der Ätheralkohole der Formel $HO-(C_rH_{2r})-O-(C_pH_{2p})-OH$, worin r und p unabhängig voneinander 2, 3 oder 4 bedeuten, sind.

7. Hilfsmittel nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass sie zusätzlich, gegebenenfalls im Benzolkern einen Substituenten aus der Reihe Chlor, C_{1-3} -Alkyl oder C_{1-2} -

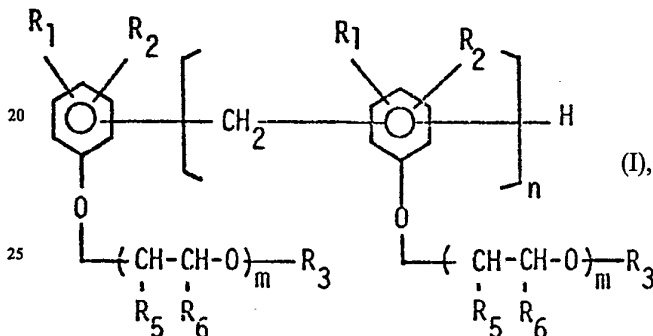
2

Alkoxy tragenden Phthalsäure- C_{1-12} -alkylester, $-C_{1-4}$ -alkoxy- C_{1-6} -alkylester, -benzyloxy- C_{1-6} -alkylester und/oder Phthalsäurecycloalkylester enthalten.

8. Hilfsmittel gemäss Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass sie einen oder mehrere ortho-Phthalsäure- C_{1-6} -alkylester, vorzugsweise Phthalsäuredibutylester enthalten.

10 Gegenstand der Erfindung sind Hilfsmittel für das Färben, Klotzfärben oder Bedrucken von Fasermaterialien aus linearen aromatischen Polyestern, synthetischen Polyamiden und Celluloseacetaten mit Dispersionsfarbstoffen.

Die neuen Hilfsmittel enthalten eine oder mehrere Novolak-Verbindungen der Formel



30 worin

R_1 C_{4-14} -Alkyl (geradkettig oder verzweigt),

R_2 Wasserstoff oder C_{1-10} -Alkyl (geradkettig oder verzweigt), wobei

R_1 und R_2 zusammen 6–18 Kohlenstoffatome enthalten,

35 alle

R_3 0,5 bis n Gruppen der Formel $-SO_3R_4$, $-CH_2COOR_4$ oder $-PO(OH)_2$, der Rest Wasserstoff,

R_4 Wasserstoff, ein Alkalimetall, ein Äquivalent Erdalkalimetall, Ammonium oder eine organische Base,

R_5 und R_6 Wasserstoff, oder eines Wasserstoffs und bis zu max. 60% des anderen Methyl, der Rest Wasserstoff, alle m unabhängig voneinander, eine ganze Zahl von 4 bis 20 und

n eine ganze Zahl von 1 bis 9 bedeuten.

45 Vorzugsweise enthalten die neuen Hilfsmittel eine oder mehrere Novolak-Verbindungen der Formel I, worin R_1 n - C_{6-12} -Alkyl, in para-Stellung zum Äthylenoxid-Substituenten,

R_2 Wasserstoff oder C_{1-6} -Alkyl, alle

50 R_3 zusammen 0,5 bis $\frac{n}{2}$, vorzugsweise 1 bis $\frac{n}{2}$ -Gruppen der Formel $-SO_3R_4$ oder $-CH_2COOR_4$, der Rest Wasserstoff,

R_4 Wasserstoff, Ammonium, Natrium, Kalium oder ein 55 Magnesium- oder Calciumäquivalent, vorzugsweise Wasserstoff oder Natrium,

R_5 und R_6 Wasserstoff, oder eines Wasserstoffs und bis zu max. 40% des anderen Methyl, Rest Wasserstoff, alle m unabhängig voneinander eine ganze Zahl von 6 bis 15

60 und

n eine ganze Zahl von 1 bis 6 bedeuten

Diese Novolak-Verbindungen haben Tensid-Charakter und wirken dispergierend (erhöhen die Dispersionsstabilität 65 der Farbstoffe) und emulgierend auf alle in der Färbeflotte nicht oder nur schwer löslichen, bei Färbetemperatur flüssigen, weiteren Hilfsmittel, z.B. Färbebeschleuniger, Farbstoffüberträger («Carrier») und Egalisierungsmittel (Ausgleich der ma-

terialbedingten Streifigkeit), deren Wirkung wesentlich verstärkt wird.

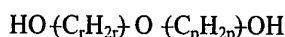
Die Novolak-Verbindungen der Formel I, worin R_3 eine Gruppe der Formel $-SO_3R_4$ (und zum Teil Wasserstoff) ist, sind bekannt, bzw. lassen sich in Analogie zu bekannten Methoden (z.B. wie in DE-OS 23 06 104 beschrieben) leicht herstellen. Die übrigen Verbindungen sind neu, lassen sich aber ebenfalls in Analogie zu bekannten Methoden leicht herstellen.

Wie schon oben angedeutet, entfalten die Novolak-Verbindungen der Formel I ihre äusserst günstige Wirkung in Verbindung mit weiteren Färbereihilfsmitteln, so etwa den bekannten «Carrier», z.B. Verbindungen aus der Gruppe der chlorierten Aromaten, vor allem Chlorbenzolen, Diphenyl, Diphenyläther, Ditolyläther, Methylnaphthalin, ortho- oder para-Phenylphenol, Cyclohexylphenol, Dibenzofuran, Benzoesäure-benzylester und C_{1-12} -Alkyl-benzoesäureester.

Insbesondere geeignet sind die Novolak-Verbindungen der Formel I in ihrer Anwendung zusammen mit

a) einem oder mehreren Farbstoff-Überträgern aus der Reihe der über 140°C , vor allem zwischen 145 und 280°C siedenden Alkylbenzolen,

b) einem oder mehreren mit gegebenenfalls im Benzolkern bis zu drei Substituenten aus der Reihe Chlor, C_{1-3} -Alkyl und/oder C_{1-2} -Alkoxy tragender Benzoesäure ein- oder mehrmals veresterten zwei- oder mehrwertigen Alkoholen oder Ätheralkoholen, insbesondere solchen aus der Reihe der C_{2-8} -Dialkohole, Glycerin, Pentaerythrit oder einem so veresterten Ätheralkohol der Formel



worin r und p unabhängig voneinander 2, 3 oder 4 bedeuten und/oder

c) einem oder mehreren, gegebenenfalls im Benzolkern einen Substituenten aus der Reihe Chlor, C_{1-3} -Alkyl oder C_{1-2} -Alkoxy tragenden Phthalsäure- C_{1-12} -alkylester, Phthalsäure- C_{1-4} -alkoxy- C_{1-6} -alkylester, Phthalsäure-benzoyloxy- C_{1-6} -alkylester und/oder Phthalsäurecycloalkylester, vorzugsweise ortho-Phthalsäure- C_{1-6} -alkylestern, insbesondere Phthalsäuredibutylester.

Diese weiteren Wirksubstanzen werden im allgemeinen im Gewichtsverhältnis (zu den Novolak-Verbindungen) 60:40 bis 90:10, vorzugsweise zwischen 70:30 und 85:15 gemischt.

Auch die genannten weiteren Wirksubstanzen sind grösstenteils bekannte Verbindungen und lassen sich alle in Analogie zu bekannten Methoden leicht herstellen.

Die angegebenen, über 140°C siedenden Alkylbenzole sind im Handel als Gemische, die bei der Herstellung von Xylenen oder anderen Alkylbenzolen als Destillationsrückstand anfallen, erhältlich.

Diese Wirksubstanzen können allein (die Ester z.B. als reine Einzelverbindungen), aber auch als beliebige Gemische untereinander, zusammen mit den Novolak-Verbindungen eingesetzt werden.

Im allgemeinen erfolgt die Herstellung der Benzoesäureester durch Umesterung von gegebenenfalls im Benzolkern entsprechend substituiertem Benzoesäuremethylester mit einem stöchiometrischen Überschuss an einem oder mehreren mehrwertigen Alkoholen, wobei man Gemische aus vollständig und teilweise veresterten Alkoholen und gegebenenfalls geringen Mengen unveresterter Ausgangsprodukte erhält. Die erfindungsgemässe Wirkung der vollständig veresterten Alkohole unterscheidet sich praktisch nicht von der, der nur teilweise veresterten Alkohole. Diese Gemische haben sogar den Vorteil, in der Färbeflotte besser emulgierbar zu sein. Ge-

ringe Mengen unveresterter Ausgangsprodukte stören bei der Anwendung der Färbereihilfsmittel nicht.

Die Herstellung kommerzialisierbarer Präparationen kann durch Zusatz weiterer Substanzen, z.B. Ölsäure oder C_{14-18} -Fettsäure-methylester erleichtert werden. Sie beeinflussen jedoch den Färbeprozess praktisch nicht. Wenn sehr schaumarme Präparationen hergestellt werden sollen, können diese die üblichen Schaumdämpfungsmittel, z.B. Paraffinöl oder Siliconentschäumer, enthalten.

Diese neuen Färbereihilfsmittel sind für das Färben mit Dispersionsfarbstoffen ausgezeichnet geeignet. Sie fördern die Feinverteilung (Dispersionsstabilität) und das rasche Eindringen der Farbstoffe in die Fasermaterialien (Carrierwirkung), sie fördern die Migration der Farbstoffe im Material, wodurch ausgezeichnet egale Färbungen erhalten werden, auch wenn ungleichmässig anfärbbare Substrate vorliegen (Ausgleich der Streifigkeit), sie sind praktisch geruchlos und nicht schäumend.

Die neuen erfindungsgemässen Färbereihilfsmittel sind demnach gleichermassen für das Färben unter erhöhtem Druck (Polyester werden so bei Temperaturen zwischen 110 und 140°C gefärbt, Polyamidfasern, insbesondere «Quiana», bei Temperaturen bis 115°C , Cellulosetriacetatfasern bis zu 125°C), wie für das Färben unter Atmosphärendruck, geeignet. Im allgemeinen ist es nicht nötig, beim Färben noch weitere Hilfsmittel, z.B. zusätzliche Färbeschleuniger («Carrier») oder Emulgatoren zuzusetzen.

Gewünschtenfalls können aber der Färbeflotte solche Hilfsmittel in den üblicherweise verwendeten Mengen noch zugefügt werden. In diesem Zusammenhang können z.B. anionische, nichtionogene, amphotere und schwach kationische Emulgatoren erwähnt werden.

Sehr geeignet sind die neuen Hilfsmittel auch für das Behandeln unegal gefärbter Polyestermaterialien, die in einer das erfindungsgemässe Mittel enthaltenden, wässrigen Flotte bis zu max. 2 Stunden bei $95-130^\circ\text{C}$ behandelt werden, wodurch man perfekt egale Färbungen erhält.

Die erfindungsgemässen Färbereihilfsmittel werden im allgemeinen in Mengen (bezogen auf Gewichtsmenge Novolak-Verbindung und weitere Wirkstoffe) zwischen 0,5 und 30 g/l, insbesondere von 1 bis 5 g/l der Färbeflotte zugesetzt. Klotzflotten und Druckpasten enthalten im allgemeinen die halbe bis dreifache Gewichtsmenge des eingesetzten Farbstoffs.

Die einzelnen Komponenten der neuen Färbereihilfsmittel werden durch einfaches Mischen in einem mit einem Rührer versehenen Gefäss hergestellt.

Die erfindungsgemässen Hilfsmittel sind je nach Zusammensetzung fest, halbfest (pastenförmig) oder flüssig. Sie werden als wässrige Emulsionen oder als Lösungen z.B. in einem niedrigen Alkohol (Äthanol, Isopropanol oder ähnliches) zum Einsatz gebracht. Die Hilfsmittel sind sehr leicht, durch Rühren, verteilbar und bilden sofort eine stabile Emulsion. Gefärbt wird nach den für die entsprechenden Dispersionsfarbstoffe üblichen Verfahren, wobei die Färb-, bzw. Fixierzeiten sehr häufig ganz wesentlich reduziert werden können. Es resultieren Färbungen und Drucke mit ausgezeichneter Egalität, bei maximaler Farbausbeute.

In den folgenden Beispielen bedeuten die Teile Gewichteile und die Prozente Gewichtsprozente. Die Temperaturen sind in Celsiusgraden angegeben.

Beispiel 1

100 Teile Polyesterfasergewebe werden bei 40° in ein Bad gegeben, das aus 4000 Teilen Wasser, 8 Teilen Ammonsulfat (wasserfrei), 0,8 Teilen des Farbstoffs C.I. Disperse Blue 87 (Dispergator enthaltendes Handelsprodukt) und 6 Teilen des Hilfsmittel-Gemisches aus 80% Butylbenzoat (oder 75%

Butylbenzoat und 5% Diphenyl) und 20% der Novolak-Verbindung 6 aus der Tabelle 2 (nach Beispiel 2) besteht, das Bad mit Ameisensäure auf pH 5 gestellt, im Verlaufe von 30 Minuten auf ca. 97° erhitzt und etwa 1 Stunde bei dieser Temperatur gefärbt. Nach dem Spülen, Waschen, nochmaligen Spülen und Trocknen erhält man eine einwandfreie blaue Färbung.

An Stelle des Butylbenzoats können auch andere «Carrier»-Substanzen aus Tabelle 1, z.B. 8 Teile eines Hilfsmittel-Gemisches aus 85% 1- und 2-Methylnaphthalin und 15% der Novolak-Verbindung 6 aus Tabelle 2 oder 6 Teilen eines Gemisches aus 80% Trichlorbenzol und 20% Novolak-Verbindung 6 (Tabelle 2), verwendet werden.

Beispiel 2

5 Teile gereinigtes Polyesterfasergewebe werden in einem Hochtemperatur-Färbeapparat in 100 Teile einer auf 70° erhitzten Färbeflotte gegeben, die 0,1 Teil eines (Dispergator enthaltenden) Handelspräparates des Farbstoffs C.I. Disperse Blue 148, 2 Teile Ammonsulfat, 0,35 Teile eines Alkylbenzolgemisches (ca. 25% Trimethylbenzole, ca. 45% Äthyltoluole, ca. 10% n-Butylbenzol und ca. 20% sec.- und tert.-Butylbenzol) und 0,05 Teile der Novolak-Verbindung 8 aus der Tabelle 2 enthält, die Flotte mit Ameisensäure auf pH 5 gestellt, die Färbeapparatur geschlossen, im Verlaufe von 20 Minuten auf 130° erhitzt und 20 Minuten bei dieser Temperatur belassen. Nach dem Abkühlen wird das Substrat gespült, geseift, nochmals gespült und getrocknet. Es resultiert eine perfekt egale, tief blaue Färbung mit ausgezeichneten Echtheitseigenschaften. Das verbleibende Färbebad ist vollkommen erschöpft.

Sehr ähnliche Resultate erhält man, wenn gemäss der obigen Vorschrift, jedoch mit einer beliebigen anderen Kombination von Hilfsmitteln aus den Tabellen 1 und 2 gearbeitet wird.

An Stelle des Farbstoffs C.I. Disperse Blue 148 können auch z.B. die Farbstoffe Disperse Red 73 oder C.I. Disperse Blue 183 (s) eingesetzt werden.

Tabelle 1 (Carrier-Substanzen)

a) Mischung aus ca. 0,5% Äthylbenzol, 1% para-Xylol, 2% meta-Xylol, 3% ortho-Xylol, 1% Isopropylbenzol, 20% meta- und para-Äthyltoluol, 7% 1,3,5-Trimethylbenzol, 6,5% ortho-Äthyltoluol und Isobutylbenzol, 30% 1,2,4-Trimethylbenzol, 4,5% n-Propylbenzol, 0,5% sec.-Butylbenzol, 1,5% 1,3-Diäthylbenzol, 8,5% 1,4-Diäthylbenzol, n-Butylbenzol und 1,2,3-Trimethylbenzol, 1% 4-tert.-Butyltoluol, 2% 1,2-Diäthylbenzol, 2% Indol, 9% nicht bestimmte höhere Aromaten (Handelsprodukt, Siedebereich 160 bis 240°);

b) Aromatengemisch im wesentlichen C₁₀-Alkylbenzole (Abfallprodukt aus der Erdöldestillation) Dichte (d₄²⁰) = 0,840–0,893, Destillationsbereich 180–210°;

c) 1,4% Äthylbenzol, 4,7% sec.-Butylbenzol, 84,7% Diäthylbenzole (Siedepunkt 182–185°), 4,8% 1,3,5-Triäthylbenzol, 4,2% 1,2,4-Triäthylbenzol, 0,2% Tetraäthylbenzol;

d) 5% 1,2,3-Trimethylbenzol, 10% 1,3,5-Trimethylbenzol und tert.-Butylbenzol, 16% 1,2,4-Trimethylbenzol und sec.-Butylbenzol, 27% ortho-, meta- und para-Äthyltoluol, 8% n-Propylbenzol, 3% Isopropylbenzol, 5% n-Butylbenzol, 20% Diphenyl, 1% Naphthalin, 5% Anthracen, Phenanthren und Fluoren.

e) Gemisch aus 1- und 2-Methylnaphthalin,

f) Trichlorbenzol (Isomerengemisch).

Tabelle 2 (Novolak-Verbindungen)

Herstellung z.B. gemäss DE-OS 23 06 104; die Einführung der Sulfonsäuregruppe wird vorzugsweise mit Amidosulfonsäure durchgeführt, es kann aber auch z.B. mit konz. Schwefelsäure, Oleum oder SO₃ gearbeitet werden. Die freien Schwefelsäurehalbesten können dann mit Alkali- oder Erdalkaliverbindungen (z.B. NaOH, KOH, MgO, Kalziumhydroxid), Ammoniak oder organischen Stickstoffbasen (z.B. Di-C₁₋₄-Alkylaminen, Äthanolamin, Piperidin etc.) neutralisiert werden.

In den Verbindungen 1 bis 17, 20, 21 und 22 ist R₁ (Formel I) ein Nonylrest, in der Verbindung 18 ein Dodecylrest, R₂ ist in diesen Verbindungen Wasserstoff.

In der folgenden Tabelle ist das Molverhältnis Phenolreste, Äthylendioxyd, Propylenoxyd, Amidosulfonsäure, bzw. Monochloressigsäures Natrium oder P₂O₅ bei der Herstellung der Verbindungen der Formel I angegeben; die Anzahl Mol Formaldehyd ist (gemäss Formel I) immer um 1 geringer als die Anzahl Mol Phenol

Verbindung	Phenol	Äthylendioxyd	Propylenoxyd	Amidosulfonsäure
1	9	60	—	1
2	9	180	—	3
3	9	140	20	3
4	9	120	—	2,5
5	7	100	—	3
6	7	50	—	1
7	7	40	10	1,5
8	7	70	—	1,5
9	7	75	—	1
10	5	20	—	1,5
11	5	100	—	2,5
12	3	20	—	1
13	3	20	—	0,5
14	3	20	20	1,5
15	2	20	—	1
16	3	—	—	2
17	2	8	—	1,25
18	2	40	—	1
19	3	60	—	1,5
20	9	120	—	3
21	7	50	—	1,5
22	7	50	—	0,5 P ₂ O ₅

Besonders bevorzugte, erfindungsgemässe Hilfsmittel bestehen z.B. aus 80 bis 95% Alkylaromaten (gemäss Beispiel 1 oder 2 der Tabelle 1) und 20 bis 5% Novolak-Tensiden gemäss Tabelle 2, wobei hier wieder die Verbindungen 6, 8, 9 und 14 bevorzugt sind, oder aus 70 bis 90% Butylbenzoat, 0 bis 10% Diphenyl, Rest ein Novolak-Tensid gemäss Tabelle 2, Verbindungen 6, 8, 9 und 14 sind wiederum bevorzugt.

In der folgenden Tabelle 3 sind die Diöle der Polyole, so wie die verwendeten Mengen derselben angegeben, die mit 2 Mol Benzoesäure verestert, zusammen mit den Novolak-Verbindungen der Tabelle 2 als erfindungsgemässe Färbereihilfsmittel Verwendung finden.

Tabelle 3

1	1,1 Mol Äthylenglykol,	
2	1,2 Mol Propandiol-1,3	
3	1,2 Mol Propandiol-1,2	
4	1,2 Mol Butandiol-1,4,	
5	1,2 Mol Butandiol-1,3,	
6	1,2 Mol Diäthylenglykol,	
7	0,5 Mol Äthylenglykol und	0,6 Mol Propandiol-1,2,
8	0,5 Mol Äthylenglykol und	0,6 Mol Butandiol-1,4,
9	0,35 Mol Äthylenglykol,	0,35 Mol Propandiol-1,3 und
		0,35 Mol Butandiol-1,4,
10	1,2 Mol Hexylenglykol,	
11	0,93 Mol Glycerin und	
12	1,2 Mol Neopentylglykol;	
13	ein Sucrosebenzoat-Gemisch der Formel	
	$[C_{12}H_{14}O_5(OH)_{0,9}(O-CO-C_6H_5)_{7,1}]$ und die Handelsprodukte,	
14	reines Diäthylenglykoldibenzoat,	
15	Dipropylenglykoldibenzoat,	
16	Glyceryltribenzoat,	
17	Neopentylglykoldibenzoat und	
18	Pentaerythroltetrabenzoat.	

Beispiel 3

5 Teile gereinigtes Polyesterfasergewebe werden in einem Hochtemperatur-Färbeapparat in 100 Teile einer auf 70° erhitzten Färbeflotte gegeben, die 0,1 Teile eines (Dispergator enthaltenden) Handelspräparates des Farbstoffs C.I. Disperse Blue 148, 2 Teile Ammonsulfat, 0,32 Teile des Gemisches 1 aus der Tabelle 3 (Umesterungsprodukt aus 2 Mol Benzoessäuremethylester und 1,1 Mol Äthylenglykol) und 0,08 Teile der Substanz (Novolak) 5 der Tabelle 2 enthält und mit Ameisensäure auf pH 5 gestellt wurde. Die Färbeapparatur wird geschlossen, im Verlaufe von 20 Minuten auf 130° erhitzt und 20 Minuten bei dieser Temperatur belassen. Nach dem Abkühlen entfernt man das Substrat aus dem Färbebad, spült, seift, spült nochmals und trocknet es. Man erhält so eine völlig egale, tief blaue Färbung mit sehr guten Eigenschaften. Das verbleibende Färbebad ist vollkommen erschöpft; eine sofort nach Erreichen von 130° aus dem Bad entnommene Probe der Färbeflotte zeigte schon mehr als eine 95%ige Erschöpfung.

Sehr ähnliche Färberesultate erhält man, wenn gemäss der obigen Vorschrift, jedoch mit einer beliebigen anderen Kombination von Hilfsmitteln aus den Tabellen 2 und 3 gearbeitet wird.

Beispiel 4

10 Teile Polyesterfasergewebe (Dacron T 54) werden in einem verschliessbaren Färbebehälter mit 400 Teilen einer Färbeflotte, die 0,05 Teile der Handelsform des Farbstoffs C.I. Disperse Red 73 und 0,5 Teile des Gemisches 1 aus der Tabelle 3, 0,15 Teile der Substanz 6 aus Tabelle 2 und 0,035 Teile Diphenyl sowie 3 Teile Ammonsulfat enthält und mit Ameisensäure auf pH 5 gestellt wurde, in 30 Minuten von 60° auf 130° erhitzt und 20 Minuten bei dieser Temperatur gefärbt. Nach dem Abkühlen wird das gefärbte Gut aus dem Bad genommen, gespült, geseift, nochmals gespült und getrocknet. Man erhält so eine perfekt egale, rubinrote Färbung mit ausgezeichneten Echtheitseigenschaften.

Sehr ähnliche Färberesultate werden auch erhalten, wenn man an Stelle der Hilfsmittel aus den Tabellen 2 und 3 gleiche Gewichtsmengen beliebiger anderer Mittel aus den Tabellen 2 und 3 verwendet.

An Stelle des Farbstoffs C.I. Disperse Red 73 kann auch C.I. Disperse Blue 183 (S) eingesetzt werden.

Beispiel 5

100 Teile Polyesterfasergewebe, das im allgemeinen zum Streifigfärben neigt, werden in 4000 Teile eines auf 40° erwärmten Färbebades gegeben, das 0,2 Teile C.I. Disperse Blue 73, 9 Teile des Gemisches 2 aus Tabelle 3, 2 Teile der Substanz 12 aus Tabelle 2, 0,8 Teile Diphenyl, 0,02 Teile Paraffinöl und 8 Teile Ammonsulfat enthält und mit Ameisensäure auf pH 5 gestellt wurde. Im Verlaufe von 30 Minuten wird dieses Bad auf 97° erhitzt und 1 Stunde bei dieser Temperatur belassen. Nach dem Waschen, Spülen und Trocknen erhält man ein egal blau gefärbtes Gewebe mit sehr guten Echtheitseigenschaften.

Ähnliche Färbeergebnisse erhält man auch, wenn man an Stelle der 9 Teile des Gemisches 2 aus Tabelle 3, 6 Teile des Gemisches 4 aus Tabelle 3, an Stelle der 2 Teile der Substanz 12 aus Tabelle 2, 2,4 Teile der Substanz 21 oder einer beliebigen anderen Substanz aus Tabelle 2, 0,6 Teile Diphenyl (anstatt 0,8 Teile), 0,6 (statt 0,02) Teile Paraffinöl und 2,4 Teile n-Butanol als Färbereihilfsmittel einsetzt.

Beispiel 6

Ein Polyesterband (Diolen-Satin) aus unverstrecktem (1:3,2) und normal verstrecktem (1:3,66) Garn wird in eine auf 60° erwärmte Flotte (Flottenverhältnis 1:40) gegeben, die 3,2% (bezogen auf das Substrat) des Farbstoffs C.I. Disperse Blue 87, 2 g/l Ammonsulfat, 4 g/l Citronensäure und 4 g/l des Hilfsmittels enthaltend 50% reines Diäthylenglykoldibenzoat (No. 14 in Tabelle 3), 20% der Substanz 4 der Tabelle 2, 10% Ditolyläther (techn. Isomerengemisch), 5% Paraffinöl und 5% des Anlagerungsproduktes von 32 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Ricinusöl enthält, in 45 Min. auf 130° erhitzt, 60 Minuten bei dieser Temperatur gefärbt, abgekühlt, das Substrat gespült und getrocknet. Man erhält so ein einwandfrei egal türkis-blau gefärbtes Band.

Ähnlich gute Resultate erhält man auch, wenn man als erfindungsgemässes Färbereihilfsmittel ein solches, das aus 60% des Ester-Gemisches No. 9 der Tabelle 3, 20% der Substanz 6 aus Tabelle 2, 10% Äthylhexanol, 3% Diphenyl und 2% Paraffinöl oder aus 80% eines beliebigen Esters (Gemisches) aus Tabelle 3, und 20% der Substanz 13 aus Tabelle 2 besteht, einsetzt.

In der folgenden Tabelle 4 sind Beispiele von erfindungsgemäss verwendeten Phthalsäureestern angegeben.

Tabelle 4

- 1 Dimethylphthalat,
- 2 Di-n-butylphthalat,
- 3 Di-iso-butylphthalat,
- 4 Di-octylphthalat,
- 5 Phthalsäure mit C₆-, C₈- und C₁₀-Alkoholen neutral verestert (handelsüblich),
- 6 Phthalsäure mit Isononanol und Isodecanol neutral verestert (handelsüblich),
- 7 Phthalsäure mit Methoxyäthanol neutral verestert, (handelsüblich),
- 8 Umsetzungsprodukt von 1 Mol Phthalsäure und 1,2 Mol Butanol.

Beispiel 7

Man verfährt wie in Beispiel 3 angegeben, verwendet aber an Stelle des Gemisches 1 aus Tabelle 3 0,32 Teile Dimethylphthalat und an Stelle der Substanz 5 aus Tabelle 2 0,08 Teile der Substanz 1 aus Tabelle 2. Das erhaltene färberische Resultat ist mit dem aus Beispiel 3 praktisch identisch.

Sehr ähnliche Resultate erhält man, wenn gemäss der obigen Vorschrift, jedoch mit einer beliebigen anderen Kombination von Hilfsmitteln aus den Tabellen 2 und 4 gearbeitet wird.

Ähnliche Resultate erhält man auch bei Verwendung von

6

0,28 Teilen Dimethylphthalat, 0,04 Teilen Diphenyl und 0,08 Teilen der Substanz 8 aus Tabelle 2.

Beispiel 8

- 5 Man verfährt wie im Beispiel 4 angegeben, verwendet jedoch an Stelle des Gemisches 1 aus Tabelle 3 0,5 Teile Di-n-butylphthalat und an Stelle der Substanz 6 aus Tabelle 2 0,15 Teile der Substanz 14 (aus Tabelle 2) und erhält dasselbe färberische Resultat wie in Beispiel 4 angegeben.

- 10 Sehr ähnliche Färberesultate werden auch erhalten, wenn man an Stelle der angegebenen Hilfsmittel aus den Tabellen 2 und 4 gleiche Mengen beliebiger anderer Mittel aus den Tabellen 2 und 4 verwendet.

Beispiel 9

- 15 Man verfährt wie im Beispiel 6 angegeben, verwendet jedoch an Stelle der Verbindung 14 aus Tabelle 3 1,75 g/l Di-butylphthalat und an Stelle der übrigen Hilfsmittel (Ditolyläther, Paraffinöl und dem Anlagerungsprodukt von 32 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Ricinusöl) 1,25 g/l der Substanz 5 aus Tabelle 2 und 2 g/l Ölsäure und erhält so ein einwandfrei egal türkis-blau gefärbtes Band.

- 25 In den Beispielen 7, 8 und 9 können 10% der Phthalsäureester durch Diphenyl, Diphenyloxid, Ditolyläther, Dibenzofuran und/oder einen C₄₋₁₂-Alkyl-benzoesäureester ersetzt werden.