

①9



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
EIDGENÖSSISCHES AMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤1 Int. Cl.²: D 06 L 3/12⑫ **AUSLEGESCHRIFT** A3⑪ **610 478 G**

②1 Gesuchsnummer: 13506/75

⑥1 Zusatz von:

⑥2 Teilgesuch von: 8038/74

②2 Anmeldungsdatum: 12. 06. 1974

③0 Priorität:

④2 Gesuch bekanntgemacht: } 30. 04. 1979
④4 Auslegeschrift veröffentlicht: }

⑦1 Patentbewerber: CIBA-GEIGY AG, Basel

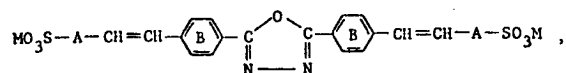
⑦4 Vertreter:

⑦2 Erfinder: Dr. Hans-Rudolf Meyer, Binningen

⑤6 Recherchenbericht siehe Rückseite

⑤4 **Verwendung von Distilbenyl-oxadiazolen zum optischen Aufhellen von textilen organischen Materialien**

⑤7 Die Distilbenyl-oxadiazole weisen die nachstehende Formel auf,



worin M Wasserstoff oder ein salzbildendes Kation, A einen gegebenenfalls nichtchromophore Substituenten aufweisenden Phenyl-, 4-Diphenyl- oder Naphthylrest bedeuten und die Benzolkerne B nichtchromophore Substituenten aufweisen können. Es sollen insbesondere Baumwollfasern und Textilmaterialien aus Polyamid optisch aufgehellt werden.



RAPPORT DE RECHERCHE RECHERCHENBERICHT

Demande de brevet No.:
Patentgesuch Nr.:

13506/75

I.I.B. Nr.:

HO 11.707

Documents considérés comme pertinents Einschlägige Dokumente			
Catégorie Kategorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes. Kennzeichnung des Dokuments, mit Angabe, soweit erforderlich, der massgeblichen Teile	Revendications con- cernées Betrifft Anspruch Nr.	
	<u>CH-A- 506 583</u> (CIBA GEIGY) * Spalte 3, Formel 3; Spalte 9, Zeile 34 - 36 *	Patent- anspruch	
	<u>CH-A- 542 212</u> (CIBA GEIGY) * Verbindungen 192, 198, 214*	Patent- anspruch	Domaines techniques recherchés Recherchierte Sachgebiete (INT. CL.2)
			Catégorie des documents cités Kategorie der genannten Dokumente: X: particulièrement pertinent von besonderer Bedeutung A: arrière-plan technologique technologischer Hintergrund O: divulgation non-écrite nichtschriftliche Offenbarung P: document intercalaire Zwischenliteratur T: théorie ou principe à la base de l'invention der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: demande faisant interférence kollidierende Anmeldung L: document cité pour d'autres raisons aus andern Gründen angeführtes Dokument &: membre de la même famille, document correspondant Mitglied der gleichen Patentfamilie; übereinstimmendes Dokument

Etendue de la recherche/Umfang der Recherche

Revendications ayant fait l'objet de recherches
Recherchierte Patentansprüche:

Revendications n'ayant pas fait l'objet de recherches
Nicht recherchierte Patentansprüche:

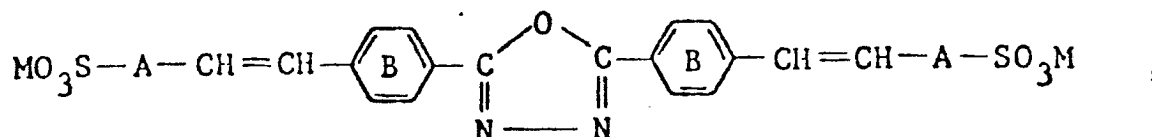
Raison:
Grund:

Date d'achèvement de la recherche/Abschlussdatum der Recherche

11.6.1976

PATENTANSPRÜCHE

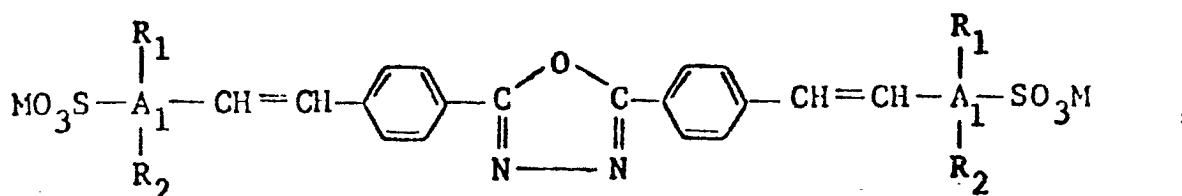
1. Verwendung von Distilbenyl-oxadiazolen der Formel



worin M Wasserstoff oder ein salzbildendes Kation, A einen gegebenenfalls nichtchromophore Substituenten aufweisenden Phenyl-, 4-Diphenyl- oder Naphthylrest bedeuten und die Benzolkerne B nichtchromophore Substituenten aufwei-

sen können, zum optischen Aufhellen von textilen organischen Materialien.

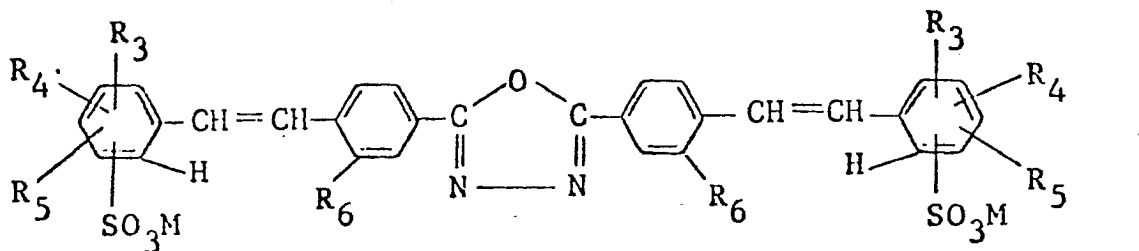
2. Verwendung gemäss Patentanspruch 1 von Distilbenyl-oxadiazolen der Formel



worin M Wasserstoff oder ein salzbildendes Kation, A₁ einen Phenyl-, Naphthyl- oder 4-Biphenylrest, R₁ Wasserstoff, Chlor, Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Alkoxy mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Sulfo, Carboxy, Carbalkoxy mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen, Cyano oder zusammen mit R₂ in 2,3-Stellung befindliches Methylendioxy und R₂ Wasserstoff,

Chlor, Alkoxy mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder zusammen mit R₁ in 2,3-Stellung befindliches Methylendioxy bedeuten.

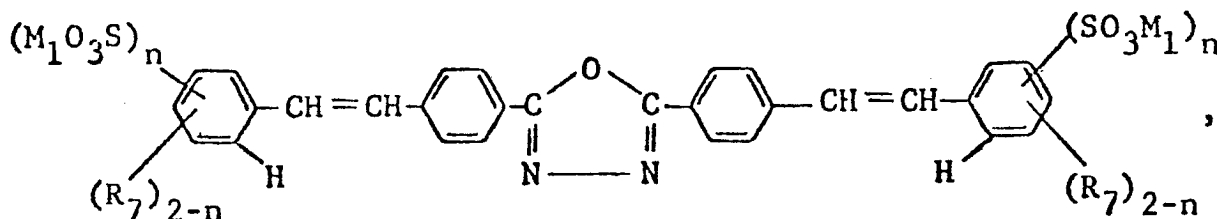
3. Verwendung gemäss Patentanspruch 1 von Distilbenyl-oxadiazolen der Formel



worin R₃ Wasserstoff, Sulfo, Alkoxy mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Carbalkoxy mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen, Cyano oder Chlor, R₄ Wasserstoff, Alkoxy mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder Chlor, R₅ Wasserstoff oder Alkyl

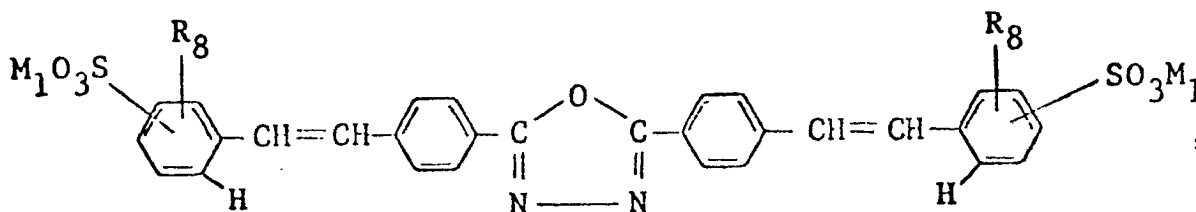
mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R₆ Wasserstoff oder Chlor und M Wasserstoff oder ein salzbildendes Kation bedeuten.

4. Verwendung gemäss Patentanspruch 3 von Distilbenyl-oxadiazolen der Formel



worin R₇ Wasserstoff, Chlor, Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder Alkoxy mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, M₁ Wasserstoff, Natrium oder Kalium und n die Zahl 1 oder 2 bedeuten.

5. Verwendung gemäss Patentanspruch 4 von Distilbenyl-oxadiazolen der Formel



worin M₁ Wasserstoff, Natrium oder Kalium und R₈ Wasserstoff oder Chlor bedeuten.

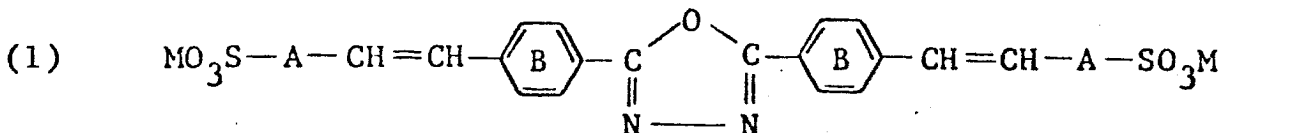
6. Verwendung gemäss Patentanspruch 1 von Distilbenyl-oxadiazolen der im Patentanspruch 1 angegebenen For-

mel zum optischen Aufhellen von Polyamiden und Cellulose.

Die vorliegende Erfindung betrifft die Verwendung von Distilbenyl-oxadiazolen zum optischen Aufhellen von textilen organischen Materialien.

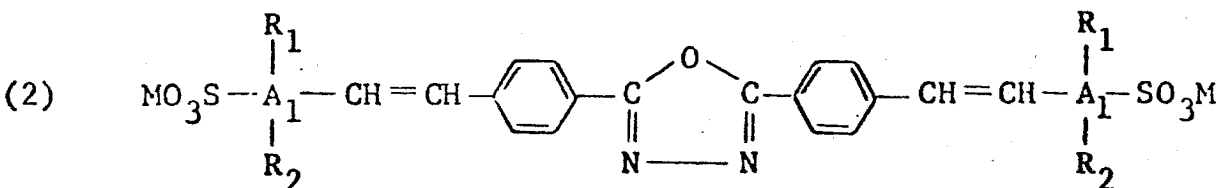
Aus der Schweizer Patentschrift 506 583 ist die Verwendung einiger Bis-stilbenyl-oxadiazole als optische Aufhellmittel ausserhalb der Textilindustrie, aus der Schweizer Patentschrift 542 212 ein Verfahren zur Herstellung solcher Verbindungen bekannt. In keiner der beiden Patentschriften sind konkret mit Sulfogruppen substituierte Bis-stilbenyl-oxadiazole beschrieben.

Diese erfindungsgemäss verwendbaren Distilbenyl-oxadiazole entsprechen der Formel



worin M Wasserstoff oder ein salzbildendes Kation, A einen gegebenenfalls nichtchromophore Substituenten aufweisenden Phenyl-, 4-Diphenyl- oder Naphthylrest bedeuten und die Benzolkerne B nicht-chromophore Substituenten aufweisen können.

Als nicht-chromophore Substituenten kommen z. B. gegebenenfalls mit Halogen, Hydroxy, Alkoxy, Cyano, Carboxy, Carbalkoxy, Carbamoyl, Sulfo, Sulfonyl, Sulfamoyl, Aryl substituiertes Alkyl, sowie Alkenyl, Cycloalkyl, Alkoxy, Alkoxyalkoxy, Aryloxy, Aralkyloxy, Alkenyloxy, Aryl, Halogen, Alkylmercapto, Alkenyloxy, Arylmercapto, Alkylsulfonyl, Arylsulfonyl, Cyano, Carboxy, Carbalkoxy, Carbamoyl, Sulfo, Sulfamoyl, in Frage. Zwei Substituenten zusammen können auch die Ergänzung zu einem ankondensierten Cycloalkylrest oder einem ankondensierten nichtaromatischen Heterocyclus bilden. Bevorzugte Substituenten sind im allgemeinen Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Alkoxyalkyl mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen, Cyclohexyl, Alkenyl mit 3 bis 4 Kohlenstoffatomen, Benzyl, Phenyl, Fluor, Chlor, Brom, Alkoxy mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Benzyloxy, Phenoxy, Alkylmercapto mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Alkenyloxy mit 3 bis 4 Kohlenstoffatomen, Phenylmercapto, Alkylsulfonyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Phenylsulfonyl, Cyano, Carboxy, Carbalkoxy mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen, Carbamoyl, Sulfo und Sulfamoyl.

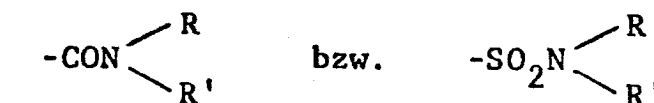


von besonderem Interesse, worin M Wasserstoff oder ein salzbildendes Kation, A₁ einen Phenyl-, Naphthyl- oder 4-Biphenylrest, R₁ Wasserstoff, Chlor, Alkyl mit 1 bis 4, vorzugsweise 2 bis 4 Kohlenstoffatomen, Alkoxy mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen (vorzugsweise Methoxy), Sulfo, Carboxy, Carbalkoxy mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen oder Cyano oder zusammen mit R₂ in 2,3-Stellung befindliches Methylendioxy und R₂ Wasserstoff, Chlor, Alkoxy mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise Methoxy oder Alkyl mit 1 bis 4, vor-

Es wurde nun gefunden, dass bestimmte, mit mindestens zwei Sulfogruppen substituierte symmetrische Bis-stilbenyl-oxadiazole sich ausgezeichnet als optische Aufheller für verschiedene textile Substrate eignen. Ein Vergleich mit den erwähnten bekannten, nicht mit Sulfogruppen substituierten Oxadiazolen zeigt überraschenderweise, dass die erfindungsgemäss verwendbaren Verbindungen wesentlich bessere Aufhelleffekte liefern, z. B. auf Baumwollfasern, insbesondere aber auf Textilmaterialien aus Polyamid.

10

Bevorzugte Carbamoyl- und Sulfamoylreste können durch die Formeln



wiedergegeben werden, worin R und R' unabhängig voneinander Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder zusammen mit dem Stickstoff die Ergänzung zu einem 5- bis 7gliedrigen nichtaromatischen Ring bedeuten.

Unter «Carboxy» und «Sulfo» sind jeweils die Reste -COOM bzw. -SO₃M zu verstehen, worin M für Wasserstoff oder ein salzbildendes Kation steht. Als salzbildende Kationen M kommen im allgemeinen diejenigen von Erdalkalimetallen, z. B. des Calciums, Bariums oder Magnesiums, sowie insbesondere von Alkalimetallen, z. B. des Natriums oder Kaliums, aber auch gegebenenfalls durch Alkyl oder Hydroxyalkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen substituiertes Ammonium in Frage. Bevorzugt sind in der Bedeutung von M neben Wasserstoff insbesondere das Kalium- und das Natriumkation.

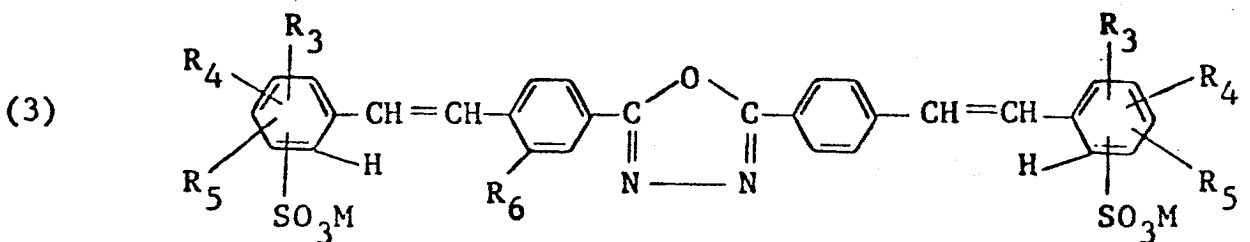
Im Rahmen der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung von Verbindungen der Formel

zugswise 2 bis 4 Kohlenstoffatomen oder zusammen mit R₁ in 2,3-Stellung befindliches Methylendioxy bedeuten.

Falls in vorstehender Formel A₁ für einen Naphthyl- oder 4-Biphenylrest steht, so bedeuten R₁ und R₂ vorzugsweise Wasserstoff.

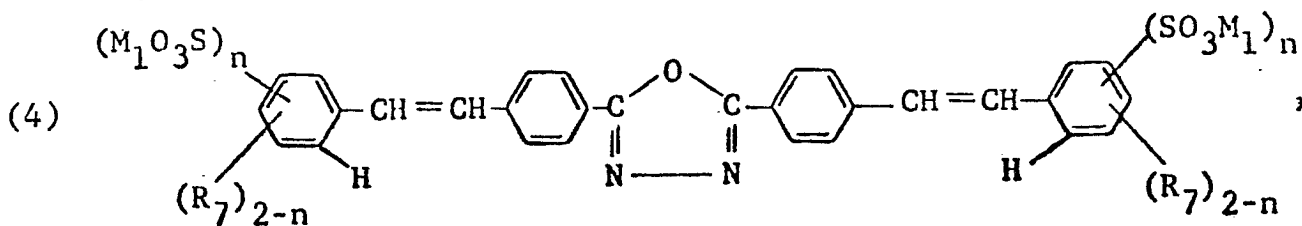
Im Rahmen der Formel (2) sind jene Verbindungen, in denen A₁ für einen Phenylrest steht, hervorzuheben.

Besondere Erwähnung verdienen die erfindungsgemäss verwendbaren Verbindungen der Formel



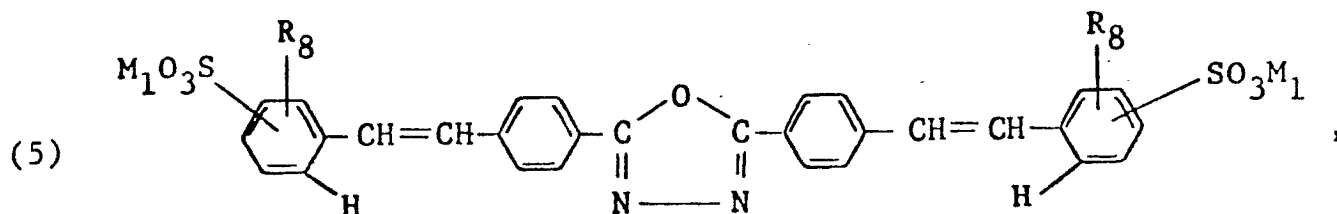
worin R_3 Wasserstoff, Sulfo, Alkoxy mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Alkyl mit 1 bis 4, vorzugsweise 2 bis 4 Kohlenstoffatomen, Carbalkoxy mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen, Cyano oder Chlor, R_4 Wasserstoff, Alkoxy mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Alkyl mit 1 bis 4, vorzugsweise 2 bis 4 Kohlenstoff-

atomen oder Chlor, R_5 Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4, vorzugsweise 2 bis 4 Kohlenstoffatomen, R_6 Chlor oder vorzugsweise Wasserstoff und M Wasserstoff oder ein salzbildendes Kation bedeuten, sowie die Verbindungen der Formel



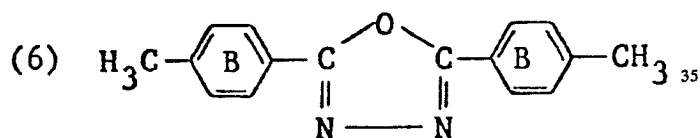
worin R_7 Wasserstoff, Chlor, Alkyl mit 1 bis 4, vorzugsweise 2 bis 4 Kohlenstoffatomen oder Alkoxy mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, M_1 Wasserstoff, Natrium oder Kalium und n die Zahl 1 oder 2 bedeuten.

Von besonderem praktischem Interesse ist die Verwendung von Verbindungen der Formel



worin M_1 Wasserstoff, Natrium oder Kalium und R_8 Wasserstoff oder Chlor bedeuten.

Die Verbindungen der Formel (1) kann man herstellen, indem man 1 Mol eines Di-(p-tolyl)-oxadiazols der Formel

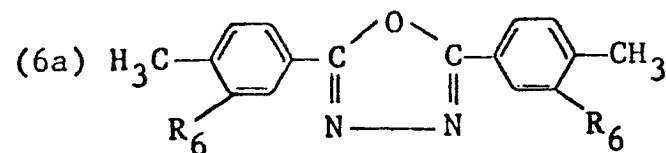


mit 2 Mol eines Anils der Formel

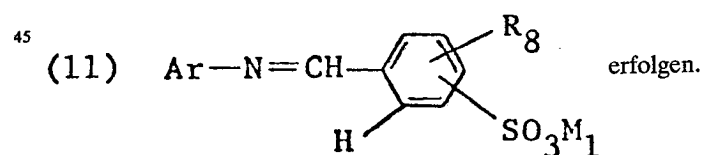
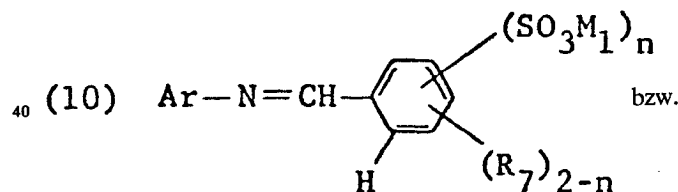
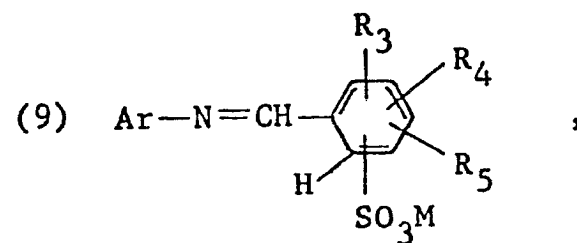
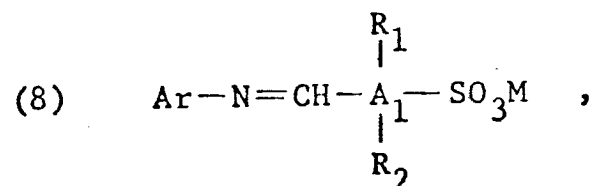


worin Ar einen gegebenenfalls substituierten aromatischen Rest bedeutet, in Gegenwart einer stark basischen Alkaliverbindung in einem stark polaren, neutralen bis basischen organischen Lösungsmittel umgesetzt, wobei im Falle der Verwendung von Alkalihydroxyden als stark basische Alkaliverbindung diese Alkalihydroxyde einen Wassergehalt bis zu 25% aufweisen dürfen.

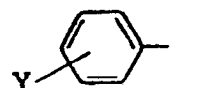
Entsprechenderweise kann die Herstellung der Verbindungen der Formeln (2) bis (5) durch Umsetzung eines Mols 2,5-Di-(p-tolyl)-1,3,4-oxadiazol bzw. der Verbindung der Formel



mit 2 Mol eines Anils der Formel



Der aromatische Rest Ar in den Formeln (7) bis (11) ist im allgemeinen aus einem oder mehreren 6gliedrigen Carbocyclen aufgebaut. Vorzugsweise steht er für einen Rest Ar_1 und bedeutet einen gegebenenfalls substituierten Naphthyl- oder insbesondere Phenylrest. Bei den technisch wichtigsten Ausführungsformen steht Ar bzw. Ar_1 für das Strukturelement



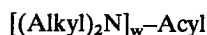
worin Y Chlor oder Wasserstoff bedeutet.

Die Ausgangsstoffe zur Herstellung der neuen Verbindungen der Formeln (1) bis (5), d. h. die Verbindungen der Formeln (6) bis (11) sind bekannt oder werden nach an sich bekannten Verfahren hergestellt.

Wichtige, den Anilen der Formeln (7) bis (11) zugrundeliegende Aldehyde sind:

o-Sulfobenzaldehyd, m-Sulfobenzaldehyd, p-Sulfobenzaldehyd, 2,4-Disulfobenzaldehyd, 2,5-Disulfobenzaldehyd, 2-Chlor-5-sulfobenzaldehyd, 4-Chlor-3-sulfobenzaldehyd, 4-Chlor-2-sulfobenzaldehyd, 2-Sulfo-5-chlorbenzaldehyd, 2,4-Dichlor-benzaldehyd-sulfosäure, 3,4-Dichlor-benzaldehyd-5-sulfosäure, 3-Sulfo-4-methyl-benzaldehyd, 2-Methyl-5-sulfobenzaldehyd, 3-Methyl-5-sulfo-benzaldehyd, 2,4-Dimethyl-5-sulfo-benzaldehyd, 2,5-Dimethyl-3-sulfo-benzaldehyd, 2,4,5-Trimethyl-3-sulfo-benzaldehyd, 2,3,4-Trimethyl-5-sulfo-benzaldehyd, 2,4-Diäthyl-5-sulfo-benzaldehyd, 3-Chlor-4-methyl-5-sulfo-benzaldehyd, 4-Methoxy-3-sulfo-benzaldehyd, 2-Methoxy-benzaldehyd-sulfosäure, 2,3-Dimethoxy-5-sulfo-benzaldehyd, 2,4-Dimethoxy-5-sulfo-benzaldehyd, 2-Sulfo-4-cyano-benzaldehyd, 2-Sulfo-4-carboxy-benzaldehyd, 2,3-Methylendioxy-benzaldehyd-sulfosäure, α -Naphthaldehyd-sulfosäure, β -Naphthaldehyd-sulfosäure, Sulfo-biphenyl-4-aldehyd.

Die methylgruppenhaltigen Verbindungen können mit den Anilen in Gegenwart eines geeigneten stark polaren, neutralen bis alkalischen Lösungsmittels umgesetzt werden, welches frei von Atomen, insbesondere Wasserstoffatomen, ist, die durch Alkalimetalle ersetzbar sind. In der Praxis kommen jedoch vor allem als solche Lösungsmittel dialkylierte Acylamide des Typus



in Betracht, wobei «Alkyl» eine niedere (1 bis 4 Kohlenstoffatome enthaltend) Alkylgruppe, insbesondere eine Methylgruppe, «Acyl» den Rest einer niederen (1 bis 4 Kohlenstoffatome enthaltend) Carbonsäure, insbesondere Ameisensäure oder Essigsäure, oder der Phosphorsäure bedeutet und w die Basizität der Säure angibt. Als wichtige Vertreter solcher Lösungsmittel seien genannt: Diäthylformamid, Dimethylacetamid, Hexamethyl-phosphorsäure-triamid und insbesondere Dimethylformamid. Es kommen auch Lösungsmittelgemische in Betracht.

Für die Umsetzung ist weiterhin wie erwähnt eine stark basische Alkaliverbindung erforderlich. Unter stark basischen Alkaliverbindungen sollen solche Verbindungen der Alkalimetalle (I. Hauptgruppe des periodischen Systems der Elemente) einschliesslich des Ammoniums verstanden werden, die eine Basenstärke von mindestens etwa des Lithiumhydroxyds aufweisen. Es können hiernach Verbindungen des Lithiums, Natriums, Kaliums, Rubidiums, Cäsiums oder Ammoniums vom Typ beispielsweise der Alkoholate, Hydroxyde, Amide, Hydride, Sulfide oder stark basische Ionenaustauscher sein. Vorteilhafterweise verwendet man (vor allem wenn milde Reaktionsbedingungen hinsichtlich der Reaktionstemperatur angezeigt erscheinen) Kaliumverbindungen der Zusammensetzung



worin m eine ganze Zahl von 1 bis 6, vorzugsweise 2 bis 6, darstellt, wie z. B. Kaliumhydroxyd oder insbesondere Kalium-tert. butylat. Im Falle von Alkali-Alkoholaten, Oxyden, Alkali-Amiden (und Hydriden) ist hierbei in praktisch wasserfreiem Medium zu arbeiten, während bei Alkalihydroxyden Wassergehalte bis zu 25% (z. B. Kristallwassergehalte) erlaubt sind. Im Falle von Kaliumhydroxyd hat sich ein Wassergehalt von bis zu etwa 15% als zweckmässig erwiesen. Als Beispiele für andere verwendbare Alkaliverbindungen seien genannt Natriummethylat, Natriumhydroxyd, Natriumoxyd, Natriumamid, Lithiumamid, Lithiumhydroxyd, Rubidiumhydroxyd, Cäsiumhydroxyd usw. und besonders Kaliumoxyd. Selbstverständlich ist es auch möglich, mit Gemischen solcher Basen zu arbeiten.

Bevorzugt ist die Anwendung von Kalium-tertiär-butylat.

Zweckmässig werden die methylgruppenhaltigen Verbindungen mit den Anilen in äquivalenten Mengen zur Umset-

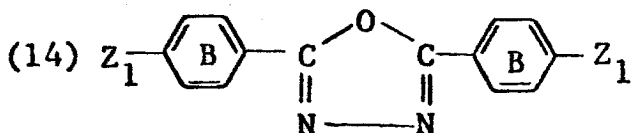
zung gebracht, so dass von keiner Komponente ein wesentlicher Überschuss vorhanden ist. Sofern mehrere Methylgruppen zur Umsetzung gebracht werden sollen, kann ein Überschuss an Anil von Vorteil sein. Von der Alkaliverbindung verwendet man mit Vorteil mindestens die äquivalente Menge, d. h. mindestens 1 Mol einer Verbindung mit z. B. einer KO-Gruppe auf 1 Mol Anil. Bei der Verwendung von Kaliumhydroxyd wird vorzugsweise die 4- bis 8fache Menge angewandt.

10 Besonders gute Ausbeuten erhält man beim Einsatz von K-tertiär-butylat in 1- bis 6facher, vorzugsweise 2- bis 4facher äquivalenter Menge.

Die Umsetzung kann generell bei Temperaturen im Bereich zwischen etwa 10 und 150° C durchgeführt werden.

15 Werden bei der Reaktion als Kaliumverbindung Alkoholate verwendet, so gelingt die Reaktion häufig schon bei Raumtemperatur, in welchem Falle keine äussere Wärmezufuhr nötig ist. Dies ist besonders vorteilhaft, wenn die Reaktionsteilnehmer Ringverbindungen oder Substituenten aufweisen, die durch Alkali leicht geöffnet bzw. abgespalten oder sonstwie chemisch verändert werden. Am günstigsten ist es jedoch, bei höherer Temperatur zu arbeiten. Beispielsweise wird das Reaktionsgemisch langsam auf 30 bis 60° C erwärmt und dann während einiger Zeit, z. B. 1/2 bis 2 Stunden, bei dieser Temperatur gehalten. Aus dem Reaktionsgemisch können die Endstoffe nach üblichen, an sich bekannten Methoden aufgearbeitet werden. Die Isolierung erfolgt beispielsweise durch Ausfällen mit Wasser, bei wasserlöslichen Produkten durch Aussalzen, z. B. mit NaCl, KCl oder durch Neutralisation, gegebenenfalls durch Ansäuern mit einer starken Mineralsäure wie z. B. HCl, wobei in diesem letzten Falle die freien Sulfonsäuren ausgeschieden werden können.

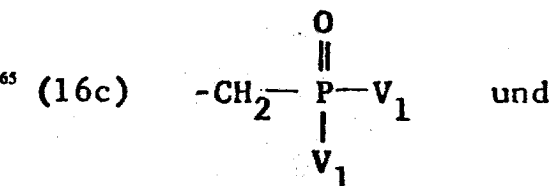
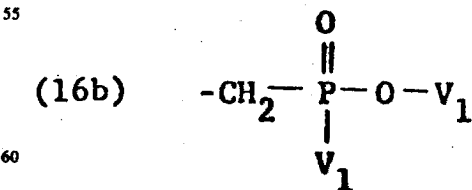
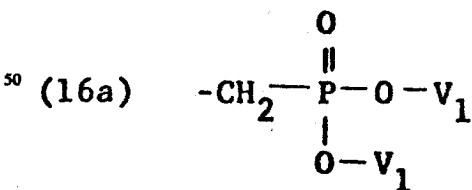
Eine weitere Möglichkeit zur Herstellung der Verbindungen der Formel (1) besteht darin, dass man 1 Mol einer Verbindung der Formel

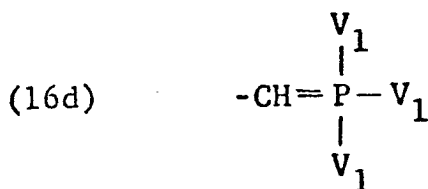


mit 2 Mol einer Verbindung der Formel



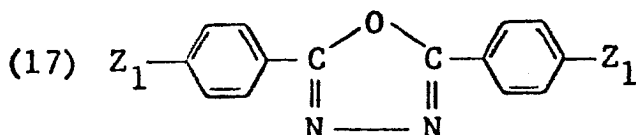
45 umsetzt, wobei eines der Symbole Z_1 und Z_2 eine $\text{O}=\text{CH}$ -Gruppe und das andere eine der Gruppierungen der Formeln



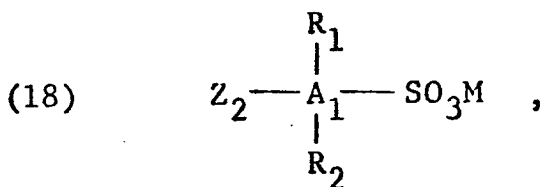


bedeuten, worin V_1 einen gegebenenfalls weitersubstituierten Alkylrest, vorzugsweise einen solchen mit bis zu 6 Kohlenstoffatomen, einen Arylrest, vorzugsweise Phenylrest, einen Cycloalkylrest, vorzugsweise einen Cyclohexylrest oder einen Aralkylrest, vorzugsweise Benzylrest darstellt.

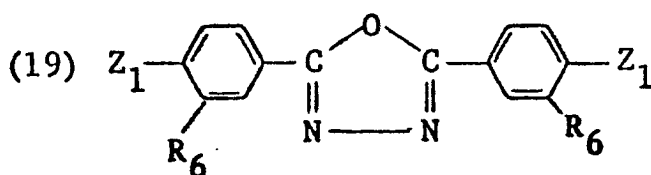
In ganz analoger Weise kann man zu Verbindungen der Formel (2) durch Umsetzung einer Verbindung der Formel



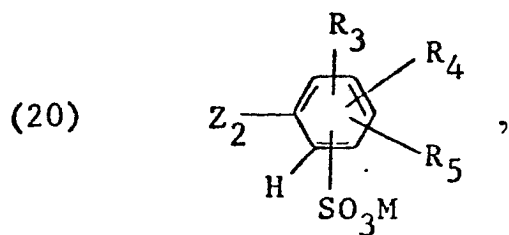
mit einer Verbindung der Formel



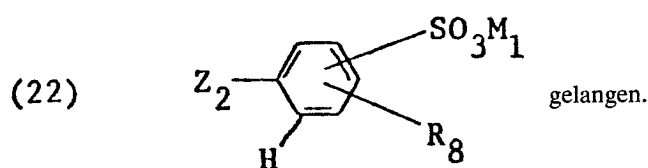
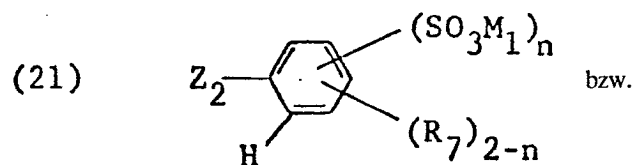
zu Verbindungen der Formel (3) durch Umsetzung einer Verbindung der Formel



mit einer Verbindung der Formel



zu Verbindungen der Formel (4) und (5) durch Umsetzung einer Verbindung der Formel (17) mit einer Verbindung der Formel



Bei der bevorzugten Ausführungsform des vorgenannten Herstellungsverfahrens steht Z_1 für einen Rest der For-

meln (16a) bis (16d), insbesondere (16a) und demnach Z_2 für die $O=CH$ -Gruppe.

Die als Ausgangsstoffe benötigten Verbindungen der Formeln (14) bis (22) können in Analogie zu an sich bekannten Verfahren hergestellt werden.

Man führt das Herstellungsverfahren vorteilhaft in indifferenten Lösungsmitteln durch. Als Beispiele hierfür seien Kohlenwasserstoffe wie Toluol und Xylol oder Alkohole wie Methanol, Äthanol, Isopropanol, Butanol, Glykole, Glykoläther, wie 2-Methoxyäthanol, Hexanole, Cyclohexanol und Cyclooctanol, ferner Äther wie Diisopropyläther, Tetrahydrofuran und Dioxan sowie Dimethylsulfoxyd, Formamid und N-Methylpyrrolidon genannt. Besonders geeignet sind polare organische Lösungsmittel wie Dimethylformamid und Dimethylsulfoxyd. Auch in wässriger Lösung lassen sich einige der Umsetzungen durchführen.

Die Temperatur, bei welcher die Umsetzung durchgeführt wird, kann in weiten Grenzen schwanken. Sie wird bestimmt

α) durch die Beständigkeit des verwendeten Lösungsmittels gegenüber den Reaktionsteilnehmern, insbesondere gegenüber den stark basischen Alkaliverbindungen, β) durch die Reaktivität der Kondensationspartner und γ) durch die Wirksamkeit der Kombination Lösungsmittel/Base als Kondensationsmittel.

In der Praxis kommen hiernach im allgemeinen Temperaturen zwischen etwa 10 und 100° C in Betracht, insbesondere, wenn Dimethylformamid oder Dimethylsulfoxyd als Lösungsmittel verwendet werden. Der Temperatur-Vorzugsbereich liegt bei 20 bis 60° C. Es können jedoch unter Umständen auch höhere Temperaturen angewandt werden, wenn dies aus Gründen der Zeitersparnis erwünscht ist, oder ein weniger aktives, dafür aber billigeres Kondensationsmittel eingesetzt werden soll; grundsätzlich sind somit auch Reaktionstemperaturen im Intervall von 10 bis 180° C möglich.

Als stark basische Alkaliverbindungen kommen vor allem die Hydroxyde, Amide und Alkoholate (vorzugsweise solche primärer, 1 bis 4 Kohlenstoffatome enthaltender Alkohole) der Alkalimetalle in Betracht, wobei aus ökonomischen Gründen solche des Lithiums, Natriums und Kaliums von vorwiegendem Interesse sind. Es können jedoch grundsätzlich und in besonderen Fällen auch Alkalisulfide und -carbonate, Arylalkaliverbindungen wie z. B. Phenyl-lithium, oder stark basische Amine (einschliesslich Ammoniumbasen, z. B. Trialkylammoniumhydroxyde) mit Erfolg verwendet werden.

Die vorstehend definierten neuen Verbindungen zeigen in gelöstem oder feinverteilter Zustand eine mehr oder weniger ausgeprägte Fluoreszenz. Sie werden daher erfindungsgemäss zum optischen Aufhellen der verschiedensten synthetischen, halbsynthetischen oder natürlichen textilen organischen Materialien verwendet.

Hierfür seien beispielsweise, ohne dass durch die nachfolgende Übersicht irgendeine Beschränkung hierauf ausgedrückt werden soll, Textilfasern aus folgenden Gruppen von organischen Materialien, soweit eine optische Aufhellung derselben in Betracht kommt, genannt:

I. Synthetische organische hochmolekulare Materialien:

a) Polymerisationsprodukte auf Basis mindestens eine polymerisierbare Kohlenstoff-Kohlenstoff-Doppelbindung enthaltender organischer Verbindungen, d. h. deren Homo- oder Copolymerisate sowie deren Nachbehandlungsprodukte wie beispielsweise Vernetzungs-, Pfropfungs- oder Abbauprodukte, Polymerisat-Verschnitte oder durch Modifizierung reaktionsfähiger Gruppen erhaltene Produkte, beispielsweise Polymerisate auf Basis von α, β -ungesättigten Carbonsäuren oder Derivaten solcher Carbonsäuren, insbesondere von Acrylverbindungen (wie z. B. Acrylestern, Acrylsäure, Acrylnitril, Acrylamiden und deren Derivaten oder deren Methacryl-Analoga), von Olefin-Kohlenwasserstoffen (wie z. B. Äthylen, Propylen)

oder Polymerisate auf Basis von Vinyl- und Vinyliden-Verbindungen (wie z. B. Vinylchlorid, Vinylalkohol, Vinylidenchlorid).

b) Polymerisationsprodukte, die durch Ringöffnung erhältlich sind, z. B. Polyamide vom Polycaprolactam-Typ, ferner Polymere, die sowohl über Polyaddition als auch Polykondensation erhältlich sind, wie Polyäther oder Polyacetale.

c) Polykondensationsprodukte auf Basis bi- oder polyfunktioneller Verbindungen mit kondensationsfähigen Gruppen, deren Homo- und Mischkondensationsprodukte, sowie Produkte der Nachbehandlung, wie beispielsweise Polyester, insbesondere gesättigte (z. B. Äthylenglykoltetraphthalsäure-Polyester) oder ungesättigte (z. B. Maleinsäure-Dialkohol-Polykondensate sowie deren Vernetzungsprodukte mit anpolymerisierbaren Vinylmonomeren), unverzweigte sowie verzweigte (auch auf Basis höherwertiger Alkohole, wie z. B. Alkydharze) Polyester, Polyamide (z. B. Hexamethylendiamin-adipat).

II. Halbsynthetische textile organische Materialien, z. B. auf Basis von Celluloseestern verschiedener Veresterungsgrade (sogenanntes $2\frac{1}{2}$ -Acetat, Triacetat) oder Celluloseäthern, regenerierter Cellulose (Viskose, Kupferammoniak-Cellulose) oder deren Nachbehandlungsprodukten, ferner Casein-Kunststoffen.

III. Natürliche textile organische Materialien animalischen oder vegetabilischen Ursprungs, beispielsweise auf Basis von Cellulose oder Proteinen wie Baumwolle, Wolle, Leinen oder Seide.

Die optisch aufzuhellenden organischen Materialien können verschiedenartigen Verarbeitungszuständen (Rohstoffe, Halbfabrikate oder Fertigfabrikate) angehören. Fasermaterialien können beispielsweise als Stapelfasern, Flocken, Strangware, textile Fäden, Garne, Zwirne, Faservliese, Filze, Watten, Beflockungs-Gebilde, als textile Gewebe, textile Verbundstoffe oder Gewirke vorliegen.

Den obenstehend definierten Verbindungen kommt besondere Bedeutung für die Behandlung von textilen Geweben zu. Die Behandlung textiler Substrate erfolgt mit Vorteil in wässrigem Medium, worin die betreffenden optischen Aufhellmittel in feinverteilter Form (Suspensionen, sogenannten Mikrodispersionen, gegebenenfalls Lösungen) vorliegen. Gegebenenfalls können bei der Behandlung Dispersier-, Stabilisier-, Netz- und weitere Hilfsmittel zugegeben werden.

In Abhängigkeit vom verwendeten Aufheller-Verbindungstyp kann es sich als vorteilhaft erweisen, vorzugsweise in neutralem, in alkalischem oder in saurem Bade zu arbeiten. Die Behandlung wird üblicherweise bei Temperaturen von etwa 20 bis 140°C, beispielsweise bei Siedetemperatur des Bades oder in deren Nähe (etwa 90°C), durchgeführt. Für die erfindungsgemäße Veredlung textiler Substrate kommen auch Lösungen oder Emulsionen in organischen Lösungsmitteln in Betracht, wie dies in der Färbereipraxis in der sogenannten Lösungsmittelfärberei (Foulard-Thermofixierapplikation, Ausziehfarbverfahren in Färbemaschinen) praktiziert wird.

Die neuen optischen Aufhellmittel der Formel (1) können beispielsweise auch in folgenden Anwendungsformen eingesetzt werden:

a) In Mischungen mit Farbstoffen (Nuancierung) oder Pigmenten (Farb- oder insbesondere z. B. Weisspigmenten) oder als Zusatz zu Färbebädern, Druck-, Ätz- oder Reservepasten. Ferner auch zur Nachbehandlung von Färbungen, Drucken oder Ätzdrucken.

b) In Mischungen mit sogenannten «Carriern», Netzmitteln, Weichmachern, Quellmitteln, Antioxydantien, Lichtschutzmitteln, Hitzestabilisatoren, chemischen Bleichmitteln (Chlorit-Bleiche, Bleichbäder-Zusätze).

c) In Mischung mit Vernetzern, Appreturmitteln (z. B. Stärke oder synthetischen Appreturen) sowie in Kombination mit den verschiedensten Textilveredlungsverfahren, insbesondere Kunstharsausrüstungen (z. B. Knitterfest-Ausrüstungen wie «wash-and-wear», «permanent-press», «no-iron»), ferner Flammfest-, Weichgriff-, Schmutzabläse («anti-soiling»)- oder Antistatisch-Ausrüstungen oder antimikrobiellen Ausrüstungen.

d) Einarbeiten der optischen Aufhellmittel in polymere Trägermaterialien (Polymerisations-, Polykondensations- oder Polyadditionsprodukte) in gelöster oder dispergierter Form für Anwendung z. B. in Beschichtungs-, Imprägnier- oder Bindemitteln (Lösungen, Dispersionen, Emulsionen) für Textilien, Faser-Vliese usw.

e) Als Zusätze zu sogenannten «master batches».

f) In Kombination mit anderen, optisch aufhellend wirkenden Substanzen.

Wird das Aufhellverfahren mit Textil-Behandlungs- oder Veredlungsmethoden kombiniert, so kann die kombinierte Behandlung in vielen Fällen vorteilhafterweise mit Hilfe entsprechender beständiger Präparate erfolgen, welche die optisch aufhellenden Verbindungen in solcher Konzentration enthalten, dass der gewünschte Aufhelleffekt erreicht wird.

In gewissen Fällen werden die Aufheller durch eine Nachbehandlung zur vollen Wirkung gebracht. Diese kann beispielsweise eine chemische (z. B. Säure-Behandlung), eine thermische (z. B. Hitze) oder eine kombinierte chemisch-thermische Behandlung darstellen. So verfährt man beispielsweise bei der optischen Aufhellung einer Reihe von Faser-substraten, z. B. von Polyesterfasern, mit den erfindungsgemässen Aufhellern zweckmässig in der Weise, dass man diese Fasern mit den wässrigen Dispersionen (gegebenenfalls auch Lösungen) der Aufhellmittel bei Temperaturen unter 75°C, z. B. bei Raumtemperatur, imprägniert und einer trockenen Wärmebehandlung bei Temperaturen über 100°C unterwirft, wobei es sich im allgemeinen empfiehlt, das Fasermaterial vorher noch bei mässig erhöhter Temperatur, z. B. bei mindestens 60°C bis etwa 130°C zu trocknen. Die Wärmebehandlung in trockenem Zustand erfolgt dann vorteilhaft bei Temperaturen zwischen 120 und 225°C, beispielsweise durch Erwärmen in einer Trockenkammer, durch Bügeln im angegebenen Temperaturintervall oder auch durch Behandeln mit trockenem, überhitztem Wasserdampf. Die Trocknung und trockene Wärmebehandlung können auch unmittelbar nacheinander ausgeführt oder in einen einzigen Arbeitsgang zusammengelegt werden.

Die Menge der erfindungsgemäss zu verwendenden neuen optischen Aufheller, bezogen auf das optisch aufzuhellende Material, kann in weiten Grenzen schwanken. Schon mit sehr geringen Mengen, in gewissen Fällen z. B. solchen von 0,0001 Gewichtsprozent, kann ein deutlicher und haltbarer Effekt erzielt werden. Es können aber auch Mengen bis zu etwa 0,8 Gewichtsprozent und gegebenenfalls bis zu etwa 2 Gewichtsprozent zur Anwendung gelangen. Für die meisten praktischen Belange sind vorzugsweise Mengen zwischen 0,0005 und 0,5 Gewichtsprozent von Interesse.

Die neuen optischen Aufhellmittel eignen sich auch besonders als Zusätze für gewerbliche Waschbäder oder zu Gewerbewaschmitteln, wobei sie in verschiedener Weise eingesetzt werden können. Zu Waschbädern werden sie zweckmässig in Form ihrer Lösungen in Wasser oder organischen Lösungsmitteln oder auch in feiner Verteilung als wässrige Dispersionen zugegeben. Zu gewerblichen Waschmitteln werden sie vorteilhaft in irgend einer Phase des Herstellungsprozesses der Waschmittel, z. B. dem sogenannten «slurry» vor dem Zerstäuben des Waschpulvers oder bei der Vorbereitung flüssiger Waschmittelkombinationen zugesetzt. Die Zugabe kann sowohl in Form einer Lösung oder Dispersion in Wasser oder

anderen Lösungsmitteln als auch ohne Hilfsmittel als trockenes Aufhellpulver erfolgen. Man kann die Aufhellmittel beispielsweise mit den waschaktiven Substanzen vermischen, verkneten oder vermahlen und so dem fertigen Waschpulver zumischen. Sie können jedoch auch gelöst oder vordispersiert auf das fertige Waschmittel aufgesprüht werden.

Als Waschmittel kommen die bekannten Mischungen von Waschaktivsubstanzen wie beispielsweise Seife in Form von Schnitzeln und Pulver, Synthetika, lösliche Salze von Sulfonsäurehalbestern höherer Fettalkohole, höher und/oder mehrfach alkylsubstituierter Arylsulfonsäuren, Sulfocarbonsäureester mittlerer bis höherer Alkohole, Fettsäureacylaminoalkyl- oder -aminoarylglycerinsulfonate, Phosphorsäureester von Fettalkoholen usw., in Frage. Als Aufbaustoffe, sogenannte «Builders», kommen z. B. Alkalipoly- und polymetaphosphate, Alkalipyrophosphate, Alkalisalze der Carboxymethylcellulose und andere «soilredpositionsinhibitoren», ferner Alkalisilikate, Alkalicarbonate, Alkaliborate, Alkaliperborate, Nitrilotriessigsäure, Äthylendiaminotetraessigsäure, Schaumstabilisatoren wie Alkanolamide höherer Fettsäuren, in Betracht. Ferner können in den Waschmitteln beispielsweise enthalten sein:

Antistatische Mittel, rückfettende Hautschutzmittel wie Lanolin, Enzyme, Antimikrobika, Parfüme und Farbstoffe.

Die neuen optischen Aufheller haben den besonderen Vorteil, dass sie auch bei Gegenwart von Aktivchlorspendern, wie z. B. Hypochlorit, wirksam sind und ohne wesentliche Einbußen der Effekte in Waschbädern mit nichtionogenen Waschmitteln, z. B. Alkylphenolpolyglykoläthern, verwendet werden können.

Die erfindungsgemäss verwendbaren Verbindungen werden in Mengen von 0,005 bis 1% oder mehr, bezogen auf das Gewicht des flüssigen oder pulverförmigen, fertigen Waschmittels, zugesetzt. Waschflotten, die die angegebenen Mengen der erfindungsgemäss anwendbaren optischen Aufheller

enthalten, verleihen beim Waschen von Textilien aus Cellulosefasern, Polyamidfasern, hochveredelten Cellulosefasern, Polyesterfasern, Wolle usw. einen brillanten Aspekt am Tageslicht.

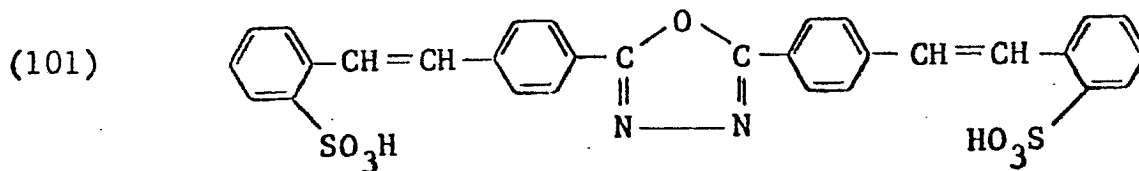
Die Waschbehandlung wird beispielsweise wie folgt durchgeführt:

Die angegebenen Textilien werden während 1 bis 30 Minuten bei 20 bis 100° C in einem Waschbad behandelt, das 1 bis 10 g/kg eines aufgebauten, zusammengesetzten Waschmittels und 0,05 bis 1%, bezogen auf das Waschmittelgewicht, der beanspruchten Aufhellmittel enthält. Das Flottenverhältnis kann 1:3 bis 1:50 betragen. Nach dem Waschen wird wie üblich gespült und getrocknet. Das Waschbad kann als Bleichzusatz 0,2 g/l Aktivchlor (z. B. als Hypochlorit) oder 0,1 bis 2 g/l Natriumperborat enthalten.

In den nachfolgenden Herstellungsvorschriften und in den Beispielen sind Teile, soweit nicht anders angegeben, immer Gewichtsteile und Prozente immer Gewichtsprozente. Schmelz- und Siedepunkte sind, sofern nicht anders vermerkt, unkorrigiert.

Herstellungsvorschrift 1

Zu einer Lösung von 6,25 g 2,5-Di-(p-tolyl)-1,3,4-oxadiazol und 15,6 g Natriumsalz des o-Benzaldehydsulfosäureanils in 120 ml wasserfreiem Dimethylformamid trägt man bei 35° C unter Rühren und Überleiten von Stickstoff 22,4 g Kalium-t-butylat ein. Man hält die Temperatur zunächst durch schwaches Kühlen und dann durch Erwärmen 2 Stunden bei 40° C und kühlt im Eisbad ab. Das violette Reaktionsgemisch wird mit einer Lösung von 20 g Kaliumchlorid in 400 ml Wasser versetzt und mit etwa 15 ml konz. Salzsäure neutralisiert. Das ausgefallene Produkt wird abgesaugt, 3mal mit je 20 ml einer 3%igen Kaliumchloridlösung gewaschen und im Vakuum bei 100° C getrocknet. Man erhält 9,4 g (etwa 57% d. Th.) der rohen Disulfosäure der Formel



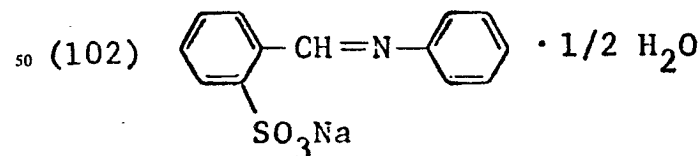
als Kaliumsalz vermischt mit etwas Natriumsalz. Zur Umkristallisation wird das Produkt in 500 ml Methanol und 300 ml Wasser heiss gelöst, die Lösung mit 0,5 g Aktivkohle klärfiltrierte, das Filtrat auf etwa 300 ml eingedampft und in der Hitze mit 3,0 g Kaliumchlorid versetzt.

Das Natriumsalz des o-Benzaldehydsulfosäureanils erhält man wie folgt:

208 g rohes Natriumsalz des o-Sulfobenzaldehyds werden in 1040 ml Methylcellosolve kurz aufgeköcht und die Lösung bei Raumtemperatur klärfiltrierte zur Entfernung unlöslicher Salze. Man versetzt das Filtrat mit 93,1 g frisch destilliertem Anilin, erhitzt 1 Stunde bei Rückflusstemperatur und filtriert abermals von ausgefallenen Salzen. Man destilliert nun zunächst 300 ml bei Atmosphärendruck und dann das restliche Lösungsmittel unter vermindertem Druck ab. Der

Rückstand wird aus 1 Liter n-Butanol kristallisiert, abfiltriert und bei 100° C im Vakuum getrocknet.

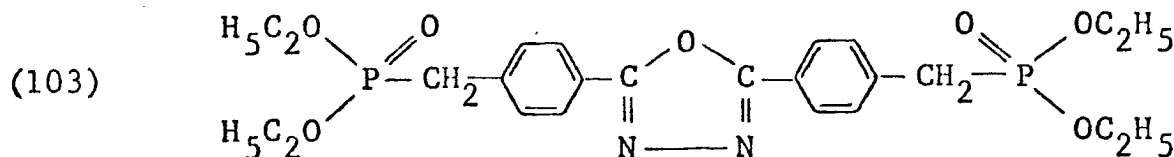
Man erhält 152 g eines farblosen hygroskopischen Produktes der Formel



(nach Umkristallisation aus n-Butanol).

Herstellungsvorschrift 2

Zu einer Lösung von 13,0 g der Verbindung der Formel



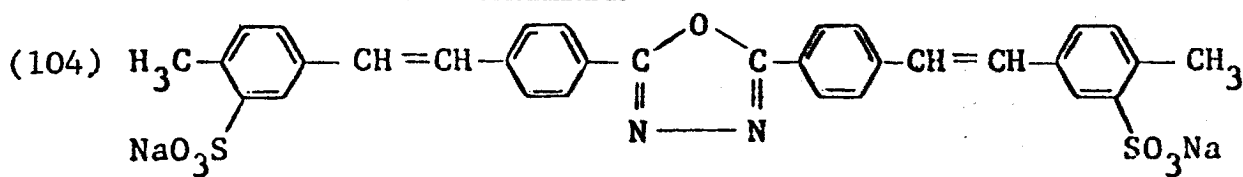
und 12,2 g 4-Methylbenzaldehyd-3-sulfosäure (Natriumsalz) in 150 ml Dimethylsulfoxyd wird unter gutem Rühren und Überleiten von Stickstoff innerhalb etwa 5 Minuten 20 g ei-

ner 15%igen Lösung von Natriummethylat in Methanol eingetropft, wobei die Temperatur von 20° C auf 37° C ansteigt. Dann wird noch während 1 Stunde bei 40 bis 45° C nachge-

rührt, das Reaktionsgemisch in 1,3 Liter Wasser von 70° C gegossen, klärfiltriert, die klare Lösung bei 70° C mit 1 Liter Alkohol versetzt und langsam 65 g Natriumchlorid zugegeben. Das auskristallisierte Produkt wird nach dem Abkühlen ab-

genutscht und aus einer Mischung von 400 ml Wasser und 400 ml Alkohol umkristallisiert.

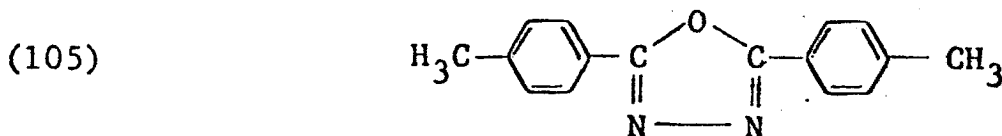
Man erhält so 7,2 g der Verbindung der Formel



als hellgelbes Kristallpulver.

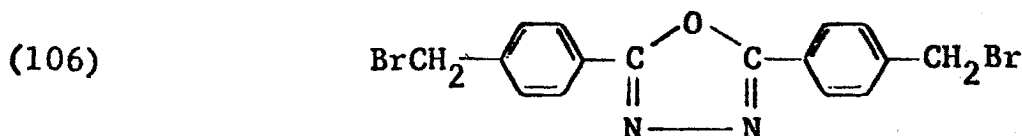
Die Verbindung der Formel (103) kann wie folgt erhalten werden:

Zu einer Lösung von 74 g des Oxdiazols der Formel



und 0,5 g Dibenzoylperoxyd in 2000 ml Tetrachlorkohlenstoff werden unter gutem Rühren und Bestrahlung mit einer UV-Lampe 105,5 g N-Bromsuccinimid und 2,5 g Dibenzoylperoxyd bei etwa 75° C portionenweise innerhalb etwa 30 Minuten eingetragen. Dann wird noch etwa 5 Stunden unter Rück-

fluss gekocht. Nach dem Abkühlen wird das auskristallisierte Produkt abgenutscht, mit wenig Alkohol und dann mit etwa 10 Liter heissem Wasser gewaschen. Nach dem Trocknen des Rückstandes bei 80 bis 85° C unter Vakuum erhält man 81,3 g der Verbindung der Formel



Schmelzpunkt: 218 bis 219° C.

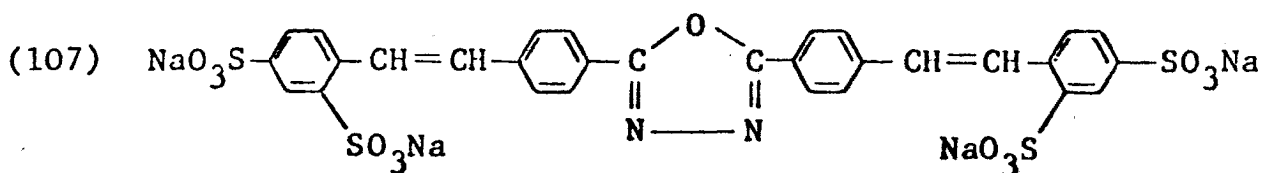
81,0 g der Verbindung (106) werden portionenweise unter gutem Rühren innerhalb etwa 30 Minuten bei ungefähr 135° C in 400 ml Triäthylphosphit eingetragen. Dann wird noch etwa 4 Stunden bei 145° C gerührt, wobei Äthylbromid abdestilliert. Nach dem Abkühlen wird das auskristallisierte Produkt abgenutscht, mit wenig n-Hexan gewaschen und unter Vakuum bei 50 bis 55° C getrocknet. Man erhält so 85,9 g der Verbindung (103) vom Schmelzpunkt 107 bis 109° C.

Herstellungsvorschrift 3

Zu einer Suspension von 6,2 g Natriummethylat (Gehalt 96,0%) in 200 ml Dimethylformamid wird unter gutem Rüh-

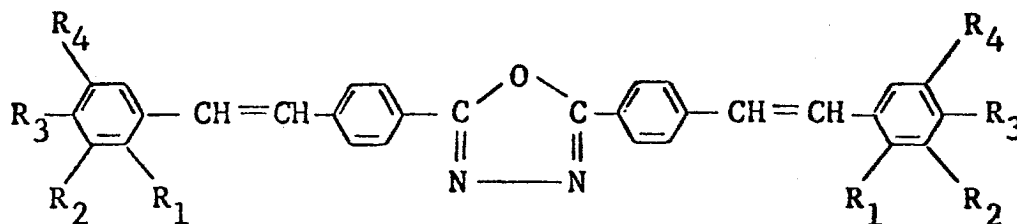
ren und Überleiten von Stickstoff eine homogene Mischung von 26,1 g der Verbindung der Formel (103) und 33,4 g Dinatriumsalz der Benzaldehyd-2,4-disulfonsäure (Gehalt: 92,7%) bei 40 bis 45° C innerhalb etwa 15 Minuten portionenweise eingetragen. Dann wird noch etwa 3 Stunden bei 40 bis 45° C nachgerührt. Das Reaktionsgemisch wird unter Vakuum zur Trockene eingedampft, der Rückstand in 350 ml siedendem Wasser gelöst, mit 1050 ml Alkohol versetzt, heiss klärfiltriert, abgekühlt, das auskristallisierte Produkt abgenutscht und bei 100 bis 110° C unter Vakuum getrocknet.

Man erhält so 16,7 g der Verbindung der Formel

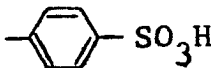


als hellgelbes Kristallpulver.

Auf ähnliche Weise wie vorstehend beschrieben können die in der folgenden Tabelle aufgeführten Verbindungen hergestellt werden.



Tabelle

Formel Nr.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄
108	SO ₃ Na	H	H	H
109	H	SO ₃ Na	H	H
110	H	H	SO ₃ Na	H
111	SO ₃ Na	H	H	SO ₃ Na
112	Cl	H	H	SO ₃ Na
113	H	SO ₃ Na	Cl	H
114	SO ₃ Na	H	Cl	H
115	SO ₃ Na	H	H	Cl
116	Cl	H	Cl	SO ₃ Na
117	H	Cl	Cl	SO ₃ Na
118	CH ₃	H	H	SO ₃ Na
119	H	CH ₃	H	SO ₃ Na
120	CH ₃	H	CH ₃	SO ₃ Na
121	CH ₃	SO ₃ Na	H	CH ₃
122	CH ₃	SO ₃ Na	CH ₃	CH ₃
123	CH ₃	CH ₃	CH ₃	SO ₃ Na
124	CH ₂ -CH ₃	H	CH ₂ -CH ₃	SO ₃ Na
125	H	Cl	CH ₃	SO ₃ Na
126	H	SO ₃ Na	CH ₃ O	H
127	CH ₃ O	H	H	SO ₃ Na
128	CH ₃ O	CH ₃ O	H	SO ₃ Na
129	SO ₃ Na	H	CN	H
130	SO ₃ Na	H	COOH	H
131	SO ₃ Na	H	COOCH ₃	H
132	H	H		H

Beispiel 1

Gebleichter Baumwollstoff wird im Flottenverhältnis 1 : 20 während 15 Minuten in einer 50° C warmen Flotte gewaschen, die pro Liter folgende Zusätze enthält:

- 0,004 g eines der Aufheller der Formeln (104) oder (108)
- 0,25 g aktives Chlor (Javel-Lauge)
- 4 g eines Waschpulvers folgender Zusammensetzung
- 15,00% Dodecylbenzolsulfonat
- 10,00% Natrium-laurylsulfat
- 40,00% Natriumtripolyphosphat
- 25,75% Natriumsulfat wasserfrei
- 7,00% Natrium-metasilikat
- 2,00% Carboxymethylcellulose
- 0,25% Äthylendiamintetraessigsäure.

Der Baumwollstoff wird hierbei erst 15 Minuten nach Bereitung des 50° C warmen Waschbades in das Bad eingebracht. Nach dem Spülen und Trocknen weist das Gewebe einen guten Aufhelleffekt von guter Chlorechtheit auf.

Das Waschpulver der oben angegebenen Zusammensetzung kann den Aufheller der oben angegebenen Formeln auch direkt einverleibt enthalten.

Beispiel 2

Ein Polyamidfasergewebe («Perlon») wird im Flottenverhältnis 1 : 40 bei 60° C in ein Bad eingebracht, das (bezogen auf das Stoffgewicht) 0,05 % eines Aufhellers der Formel (104), (107) oder (108) sowie pro Liter 1 g 80 %ige Essigsäure und 0,25 g eines Anlagerungsproduktes von 30 bis

35 Mol Äthylenoxyd an 1 Mol technischem Stearylalkohol enthält. Man erwärmt innerhalb von 30 Minuten auf Kochtemperatur und hält während 30 Minuten beim Sieden. Nach dem Spülen und Trocknen erhält man einen guten Aufhelleffekt.

Verwendet man anstelle des Gewebes aus Polyamid-6 ein solches aus Polyamid-66 (Nylon), so gelangt man zu ähnlichen Aufhelleffekten.

Schliesslich kann auch unter Hochtemperatur-Bedingungen, z. B. während 30 Minuten bei 130° C gearbeitet werden. Für diese Anwendungsart empfiehlt sich ein Zusatz von 3 g/l Hydrosulfit.

Beispiel 3

Gebleichter Baumwollstoff wird im Flottenverhältnis 1 : 20 während 30 Minuten bei 95° C gewaschen. Das Waschgut enthält pro Liter folgende Zusätze:

- 0,004 g des Aufhellers der Formel (104) oder (108)
- 4 g eines Waschpulvers folgender Zusammensetzung:
- 40,0% Seifenflocken
- 15,0% Natriumtripolyphosphat
- 8,0% Natriumperborat
- 1,0% Magnesiumsilikat
- 11,0% Natrium-metasilikat (9 H₂O)
- 24,6% Soda, calc.
- 0,4% Äthylendiamintetraessigsäure.

Nach dem Spülen und Trocknen weist das Baumwollgewebe einen guten Aufhelleffekt auf.