

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
21. Dezember 2000 (21.12.2000)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 00/77291 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: **D06P 1/00**,
C10M 1/08, D06L 3/12, D01F 1/06

Hill, SC 29730 (US). **BALEKDJIAN, John**; 6915
Sardis Green Court, Charlotte, NC 28270 (US). **HOU,**
Mean-Jeng; 12062 Spinnaker Drive, Tega Cay, SC 29718
(US).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP00/05041

(22) Internationales Anmeldedatum:
2. Juni 2000 (02.06.2000)

(81) Bestimmungsstaaten (*national*): BR, CN, ID, IN, JP, MX,
TR.

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(84) Bestimmungsstaaten (*regional*): europäisches Patent (AT,
BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC,
NL, PT, SE).

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
199 26 356.6 10. Juni 1999 (10.06.1999) DE
100 05 016.6 4. Februar 2000 (04.02.2000) DE

Veröffentlicht:

- Mit internationalem Recherchenbericht.
- Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden
Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen
eintreffen.

(71) Anmelder: **CLARIANT GMBH** [DE/DE]; Brün-
ingstrasse 50, D-65929 Frankfurt am Main (DE).

(72) Erfinder: **MARTINI, Thomas**; Odenwaldstrasse 5,
D-65779 Kelkheim-Fischbach (DE). **STOCK, Jochen**;
Alte Mainzer Strasse 115, D-55129 Mainz (DE). **THORN-**
BURG, Theodore, Samuel; 1887 Mt. Holly Dr., Rock

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen
Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on
Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe
der PCT-Gazette verwiesen.



WO 00/77291 A1

(54) Title: METHOD FOR DYING AND BRIGHTENING SYNTHETIC AND CELLULOSIC FIBERS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUM FÄRBen UND AUFHELLEN SYNTHETISCHER UND CELLULOSISCHER FASERN

(57) Abstract: The invention relates to a method for continuously brightening or dyeing synthetic fibers or cellulosic fibers by bringing an optical brightening agent or a dye and a fiber preparation agent into contact with the fibers to be brightened or dyed, and by subsequently heating these fibers to a temperature of at least 100 °C.

(57) Zusammenfassung: Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zum kontinuierlichen Aufhellen oder Färben von Kunstfasern oder cellulosischen Fasern, indem man einen optischen Aufheller oder einen Farbstoff und ein Faserpräparationsmittel mit den aufzuhellenden oder zu färbenden Fasern in Kontakt bringt, und diese Fasern anschliessend auf eine Temperatur von mindestens 100 °C erhitzt.

Verfahren zum Färben und Aufhellen synthetischer und cellulosischer Fasern

Die vorliegende Erfindung betrifft ein kontinuierliches Verfahren zur Färbung und
5 Aufhellung von synthetischen oder cellulosischen Fasern, und die so hergestellten Fasern. Farbstoffe und/oder optische Aufheller werden hierbei unmittelbar während des Spinnprozesses in Kombination mit Faserpräparationsmitteln auf die Faser aufgebracht.

10 Das Färben und optische Aufhellen von Filamenten und Stapelfasern wird in großem Umfang hauptsächlich nach drei Verfahren praktiziert.

Beim sogenannten Aufhellen oder Färben der Spinnmasse erfolgt die Zugabe des optischen Aufhellers oder des Farbstoffes während der Polymerherstellung oder
15 allgemein vor der Erspinnung der Faser. So wird z. B. der optische Aufheller oder Farbstoff bei der Polyesterfaserherstellung während der Umesterung oder Polykondensation eingebracht. Die Zugabe vor dem Verspinnen erfolgt vielfach unter Verwendung eines Masterbatches, d. h. eines Mehrfachkonzentrates des Aufhellers oder des Farbstoffes in Polyester. Dabei kommen 1 - 20 %ige
20 Aufheller- oder Farbstoffeinstellungen zum Einsatz, welche dann durch Mischprozesse vor dem Verspinnen in der Polyestermasse homogen verteilt werden. Bei Polyamiden (PA) oder Polyurethanen (PU) kann man den Aufheller oder Farbstoff in einer Monomerkomponenten vorlösen und dann den Polymerisationsprozeß durchführen. Beim Aufhellen oder Färben Polyacrylnitril
25 (PAN) wird der Aufheller oder Farbstoff zusammen mit dem Polymer in einem aprotischen polaren Lösungsmittel gelöst (z.B. in DMF, DMSO, DMA oder DMC). Die gelöste Masse wird durch Düsen in eine Heißluftkammer eingesponnen, wobei das Lösungsmittel verdunstet.

30 In der Textilindustrie wird das Aufhellen oder Färben von aus Filamenten oder Stapelfasern hergestellten Geweben oder Gewirken im sogenannten Klotz-Thermosolverfahren oder Ausziehverfahren durchgeführt. Im Klotz-Thermosolverfahren wird vorwiegend das textile Flächengebilde mit einer

verdünnten, aufheller- oder farbstoffhaltigen Dispersion, Emulsion oder Lösung getränkt, zwischen Walzen abgequetscht und zur Fixierung des Aufhellers oder Farbstoffes auf 160 bis 220 °C über 40 - 15 Sekunden erhitzt.

- 5 Im Ausziehverfahren wird der optische Aufheller oder Farbstoff aus einem wäßrigen Medium bei einem Verhältnis von ca. 1:5 bis ca. 1:40 bei 90 bis 130°C auf die Faser gebracht. Nach gleichem Verfahren können auch Filamente und Stapelfasern direkt aufgehellt werden.
- 10 Weitere Verfahren zum Aufhellen oder Färben wie Klotz-Dämpfverfahren, Klotz-Waschverfahren, Klotz-Verweilverfahren sind artverwandt und können zur Interpretation der Fachliteratur entnommen werden. In DD-104 325 wird ein Verfahren zum Aufhellen von Polyester beschrieben, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass man unmittelbar nach dem Verformungsprozeß, d.h.
- 15 Spinn- und Erstarrungsprozeß, das erhaltene Fasergebilde mit einer Dispersion optischer Aufheller in Wasser, gegebenenfalls in Kombination mit hydrophilen Flüssigkeiten oder Präparationsmitteln behandelt und das Spinnmaterial vor der Verstreckung zum Faserrohstoff der Lagerung über mehrere Stunden in Behältern aussetzt. Diese Verfahren des Standes der Technik zeichnen sich durch folgende
- 20 Nachteile aus:
 - Bei der Polymerspinnmasseaufhellung müssen relativ hohe Aufhellermengen eingesetzt werden, weil zur Erzielung des gewünschten Weißeffektes an der Faseroberfläche der gesamte Faserquerschnitt, bzw. die gesamte Fasermasse
 - 25 gefärbt bzw. aufgehellt werden muß. Für den Weißeffekt der Faser ist jedoch nur die Remission des äußeren Fasermantels verantwortlich. Ferner zeichnet sich dieses Verfahren durch geringe Flexibilität hinsichtlich der Anforderungen bezüglich Weißgrad und Nuance aus, da aus verfahrenstechnischen Gründen nur relativ große Fasermengen aufgehellt werden können.
 - 30 • Ebenso ist der Wechsel von aufgehelltem Material zu aufhellerfreiem Material mit einem zeit- und kostenintensiven Reinigungsprozeß verknüpft, da Aufhellerreste sich nur schwierig entfernen lassen.

- Die Aufhellung oder Färbung mittels Masterbatch-Technologie erfordert zusätzliche Arbeitsschritte wie z. B. die Herstellung und genaue Dosierung des Masterbatches. Außerdem wird hier wie bei der Aufhellung oder Färbung bei der Polymersynthese eine Totalaufhellung oder -färbung des Faserquerschnittes durchgeführt.
- Aufgrund der Langzeittemperaturbelastung bei den PES-Herstellern können nur Aufheller mit hoher Temperaturbeständigkeit und geringer Glykoldampf-
flüchtigkeit eingesetzt werden.
- Die textilen Aufhellprozesse sind kosten- und zeitintensive Verfahren mit hohem Wasser- und Energieaufwand, und entsprechenden ökonomischen und ökologischen Nachteilen. Ferner werden auch hier, um ansprechende Weißeffekte zu erzielen hohe Aufhellermengen verwendet, da der Aufheller tief in die Faser eindringen muß, um gute Echtheiten zu erzielen. Anhaltspunkte für die eingesetzten Aufhellermengen sind 100 bis 300 ppm im Spinnmasseprozeß, während im textilen Aufhellungsprozeß zwischen 100 bis 1500 ppm optischer Aufheller in seiner aktiven Form (d. h. 100 %ig) zum Einsatz gelangen können.
- Das in DD-104325 beschriebene Verfahren läßt sich aufgrund der notwendigen langen Lagerzeit des aufhellerhaltigen Formgebildes nicht in den kontinuierlichen Faserherstellungs- und Verarbeitungsprozeß integrieren und hat deshalb keine technische Bedeutung. Außerdem werden sehr hohe Mengen an optischem Aufheller eingesetzt.

Es konnte nun überraschend gezeigt werden, daß man hochbrillante und hochechte Aufhell- und Färbefeffekte erzielt, wenn man den Aufheller oder Farbstoff zusammen mit der Faserpräparation aufträgt und durch kurzzeitige Erhitzung im Rahmen des normalen Faserherstellungsprozesses fixiert. Überraschend war dabei, daß man mit geringen Aufhellermengen Weißeffekte erzielt, die z. B. im Spinnmasseverfahren nur mit mehrfacher Aufhellermenge zu erzielen sind. Ebenso werden nach dem erfindungsgemäßen Verfahren beim Einsatz gleicher Aufhellermengen bessere Effekte erzielt als im Ausziehverfahren. Gegenstand der Erfindung ist somit ein Verfahren zum kontinuierlichen Aufhellen oder Färben von Kunstfasern oder cellulosischen Fasern, indem man einen

optischen Aufheller oder einen Farbstoff und ein Faserpräparationsmittel mit den aufzuhellenden oder zu färbenden Fasern in Kontakt bringt, und diese Fasern anschließend auf eine Temperatur von mindestens 100°C erhitzt.

- 5 Ein weiterer Gegenstand der Erfindung sind gefärbte oder, in bevorzugter Ausführungsform, aufgehellte Fasern, die nach diesem Verfahren herstellbar sind. Die erfindungsgemäßen Fasern tragen Farbstoffe oder optische Aufheller nur in einem begrenzten Bereich nahe der Faseroberfläche, aber nicht im Faserkern. Die Fasern sind also nicht durch und durch mit Farbstoff oder optischem Aufheller
- 10 durchsetzt, sondern sie umfassen einen gefärbten oder aufgehellten Teil außen und einen nicht oder kaum gefärbten oder aufgehellten Teil im Kern. Letzterer wird auch als fluoreszenzschwacher Kern bezeichnet. In bevorzugten Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Faser hat der fluoreszenzschwache Kern einen Durchmesser von 10 bis 90, besonders bevorzugt 30 bis 80,
- 15 insbesondere 50 bis 75 % des Faserdurchmessers. Der fluoreszenzschwache Kern enthält in einer bevorzugten Ausführungsform maximal 30, besonders bevorzugt maximal 0,1 bis 10 Gew.-% der Gesamtmenge an optischem Aufheller auf der Faser.
- 20 Bevorzugte Kunstfasern sind Polyesterfasern, Polyacrylnitrilfasern (PAN), Polyamidfasern (PA), Polyurethanfasern (PU), Polypropylenfasern, Viscosefasern und Mischungen dieser Fasern untereinander.

- Faserpräparationsmittel sind bei der Herstellung synthetischer oder auch
- 25 cellulosischer Fasern unentbehrliches Hilfsmittel. Es handelt sich dabei um Produkte, die bei der Herstellung von Fasern auf diese aufgebracht werden, um nachfolgende Prozesse - wie Strecken, Zwirnen, Schären, Texturieren und Verspinnen - zu ermöglichen. Eine Beschreibung der Auftragsmöglichkeiten der Faserpräparation findet sich in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry,
- 30 Vol. A26, p. 238 ff. Unter der Bezeichnung Präparationsmittel werden daher auch häufig die Produkte dieser textilen Weiterverarbeitung verstanden wie z.B. Schmälzmittel, Spul-, Schär- oder Zwirnöle oder allgemein Avivagemittel. Es ergibt sich also folgende Einteilung für Faserpräparationsmittel:

1. Präparationen für die Faserherstellung

- a) Präparation für Filamente (Endlosfäden)
- b) Präparationen für Stapelfasern

5

2. Avivagen für die Weiterverarbeitung (wie oben beschrieben)

Die technischen Anforderungen des Faserherstellers an Faserpräparationsmittel lassen sich wie folgt kurz umreißen:

10

- Vermittlung guter Gleiteigenschaften (d.h. optimal eingestellte Faser/Metall-Reibung)
- Gute antistatische Eigenschaften
- Vermeidung von Kapillarverwirbelungen und Förderung eines guten Spulenaufbaus (d. h. entsprechende Einstellung der Faden/Fadenhaftung und des Fadenschlusses).

15

Bei den genannten Punkten handelt es sich jedoch lediglich um die wichtigsten der einzustellenden Eigenschaften, die typisch für Faserpräparationsmittel sind.

20

Weiterhin existieren eine Reihe von Sekundäreigenschaften, die für die sachgerechte Funktion eines Faserpräparationsmittels ebenfalls als unerlässlich anzusehen sind.

25

- Nicht-korrodierend (insbes. für metallische Werkstücke und Maschinenteile)
- Keine Förderung von Bakterienwachstum (im günstigsten Fall bakterizide Eigenschaften)
- Hohe thermische Belastbarkeit
- Leicht auswaschbar bzw. von der Faser entfernbar
- Ökologische Unbedenklichkeit
- Homogene Verteilung der Faserpräparation auf dem Faden und gute Benetzbarkeit

30

- Vermeidung von Wechselwirkungen mit der Faser (wie z.B. Oligomerenretention)
- Leichte Handhabung der Faserpräparationsmittel (wie z. B. niedrige Viskosität) und der entsprechenden Faserpräparationsbäder

5

Die Auftragung des Faserpräparationssystems erfolgt auf die Oberfläche der Faser nach verschiedenen Methoden, die wichtigsten sind wie folgt:

- Fadenführung durch ein Tauchbad
- 10 • Auftragung mittels einer Tauchwalze
- Auftragung über einen "Dosierstift" ("pin application") mit Zuführung durch eine Dosierpumpe

Bei der Auftragung als wäßrige Emulsion geschieht dies üblicherweise bei
15 Umgebungstemperatur. Neat-Oil-Applikationen machen je nach Viskosität der eingesetzten Präparation Auftragungstemperaturen von ca. 50 - 60°C nötig. Im weiteren Verlauf des Faserverarbeitungsprozesses wird die Präparation auf der Faser aber z.T. deutlich höheren Temperaturen ausgesetzt.

Verstreckungsprozesse laufen immer oberhalb des Glaspunktes ab,
20 üblicherweise bei Polyester ca. 140 - 160°C. Hochverstreckte Filamente gehen häufig sogar auf Verarbeitungs-temperaturen knapp unterhalb des Schmelzpunktes von Polyester, d.h. auf ca. 250 bis 260°C. Moderne Hochtemperaturheizer in der Texturierung setzen das Fasermaterial kurzfristig Temperaturen von 550°C und darüber aus.

25

Obwohl auch heute noch Einkomponentensysteme bekannt sind, ist es offensichtlich, daß der Vielzahl der gewünschten Eigenschaften üblicherweise nur durch den Einsatz von Mischungen aus mehreren Komponenten nachgekommen werden kann. Den Forderungen der faserproduzierenden Industrie steht eine
30 entsprechende Vielzahl an Komponenten der chemischen Industrie gegenüber, die bei der Herstellung von Faserpräparationsmitteln zum Einsatz kommen. Anwendungstechnisch lassen sich die Komponenten wie folgt klassifizieren:

- a) Gleitmittel
- b) Antistatika
- c) Emulgatoren
- d) sonstige Additive

5

Die Eigenschaften des Faserpräparationssystems werden zum überwiegenden Teil durch die ersten drei Verbindungsklassen a) - c) dominiert. Additive wie z.B. Korrosionsinhibitoren spielen oft eine untergeordnete Rolle, sind aber von Fall zu Fall unverzichtbar. Es wird häufig angestrebt, das gesamte Anforderungsprofil
10 über eine möglichst geringe Anzahl an beteiligten Komponenten zu steuern.

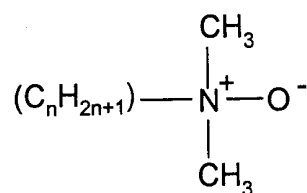
- a) Gleitmittel

Gleitmittel sind Substanzen, die die tribologischen Eigenschaften des Faserpräparationssystems steuern. Dabei ist vor allem an die Reibung der
15 Kapillaren untereinander (sogenannte Faden-Faden-Haftung oder Fadenschluß) und die Einstellung der Reibung an verschiedenen metallischen Maschinenteilen (Faden-Metall-Reibung) zu denken. In der Faserherstellung kommen aber auch andere Werkstoffe zum Einsatz (insbesondere bei der Texturierung von POY-Filamenten) wie z.B. Polyurethan, keramische
20 Werkstoffe und Kunststoffriemen (wie z.B. sog. "Murata-Belts"). Chemisch gesehen basierten die Gleitmittel bis vor einigen Jahren überwiegend auf paraffinischen Mineralölen, sogenannten hochgereinigten "Weißölen". Vielfach finden hier auch Siliconöle Verwendung. Aus anwendungstechnischen und ökologischen Gründen kommen in letzter Zeit
25 verstärkt synthetische Ester zum Einsatz (überwiegend auf Basis natürlicher Fettsäuren). Anwendungen, die darauf zielen, die Reibung eher zu erhöhen als zu erniedrigen (z.B. bei der Texturierung von POY-Filamenten) benötigen hingegen häufig Polyalkylenoxide wie z.B. Copolymerisate aus Ethylenoxid und Propylenoxid. Selbstverständlich sind auch hier Mischungen der
30 entsprechenden Komponenten gang und gäbe.

- b) Antistatika

Bei der Faserherstellung werden die Faser mit beträchtlichen

- Geschwindigkeiten über verschiedene Werkstoffe hinweggezogen (z.B. über "Fadenführungsorgane" oder beheizte metallische Walzen). Dadurch entstehen beträchtliche elektrostatische Aufladungen. Die daraus resultierenden Entladungen stellen aufgrund der Funkenbildung ein
- 5 bedeutendes Gefahrenpotential dar. Chemisch kommen zur Vermeidung elektrischer Aufladungen polare Verbindungen, insbesondere elektrisch geladene, d.h. ionische Verbindungen zum Einsatz. Folgende Substanzklassen sind weit verbreitet:
- 10 b1) Phosphorsäureester, die aus Umsetzung von hydroxylgruppenhaltigen Verbindungen mit Phosphorpentoxid (P_2O_5 , genauer P_4O_{10}) erhalten werden. Die am Phosphoratom verbleibenden Säuregruppen sind zumindest z.T. mit Lauge (z. B. NaOH) neutralisiert.
- 15 b2) Phosphorsäureester, die aus Umsetzung von hydroxylgruppenhaltigen Verbindungen mit Phosphoroxyltrichlorid ($POCl_3$) erhalten werden. Die am Phosphoratom verbleibenden Säuregruppen sind zumindest z. T. mit Lauge (z.B. NaOH) neutralisiert.
- 20 b3) langkettige Aminoxide des Typs:



(wobei $n = 5 - 22$ sein kann)

25

- b4) sulfogruppenhaltige, organische Verbindungen, wie z.B. sulfierte Öle und Fette. Die am Schwefelatom verbleibenden Säuregruppen sind zumindest z.T. mit Lauge (z.B. NaOH) neutralisiert.
- 30 b5) allgemein quaternierte Amine unterschiedlichen chemischen Aufbaus

Da es sich hier immer um elektrisch geladene oder mindestens stark polare Verbindungen handelt und die in der Gruppe a) vorgestellten Gleitmittel überwiegend unpolarer Natur sind, werden häufig Emulgatoren verwendet, um homogene Mischungen der beiden Substanzklassen herzustellen. Dies trifft
5 sowohl zu für die Applikation von Faserpräparationen als wäßrige Emulsion als auch in Substanz (sog. "Neat-Oil-Applikation").

c) Emulgatoren

Als Emulgatoren können hier prinzipiell alle grenzflächenaktiven Stoffe und
10 deren Zubereitungen eingesetzt werden. Dies sind z.B.
Oxalkylierungsprodukte von Fettsäuren, Fettsäureamiden, Fettalkoholen, Fettaminen oder Alkylphenolen: Weiterhin kommen verschiedene Fettsäurekondensationsprodukte, Alkyl- oder Alkyletherphosphate sowie sulfierte Öle und Fette in Betracht. Allgemein gesehen ist die Anzahl der zur
15 Verfügung stehenden Emulgatoren beliebig groß bei der Auswahl der entsprechenden Substanzen muß jedoch berücksichtigt werden, daß der Emulgator in seinen Reibungseigenschaften zum Gleitmittel "passen" muß, d.h. dessen Wirkung nicht beeinträchtigt, sondern gegebenenfalls sogar unterstützt. Der Emulgator darf weder das Fasermaterial beeinflussen noch
20 berührende Werkstoffe wie z.B. Texturier- oder Friktionsscheiben chemisch oder mechanisch (z.B. durch Quellung) verändern. Aus diesen und vielen weiteren Gründen haben sich heute Alkoxylierungsprodukte wie oben aufgezählt weitgehend durchgesetzt. Es sei darauf hingewiesen, daß auch in Gruppe b) genannte antistatischen Substanzen emulgierende Eigenschaften
25 aufweisen können.

d) Sonstige Additive

Sonstige wie Korrosionsinhibitoren, thermische Stabilisatoren, Vergilbungsstabilisatoren oder Bakterizide spielen eine untergeordnete Rolle,
30 da solche Additive oft das oben beschriebene, komplizierte Wechselspiel der Komponenten in den Gruppen a) bis c) stören. Es können dadurch Störungen der dispergierten Partikel auftreten wie z.B. Abrasion oder Instabilitäten der Dispersionen.

Es war daher überraschend, daß Farbstoffe und optische Aufheller in hohen Konzentrationen in ein Faserpräparationssystem eingebracht werden können, und daß es so möglich ist, hochbrillante und hochechte Aufhell- und Färbeeffekte zu erzielen. Es wurde gezeigt, daß unter normalen Applikationsbedingungen, wie sie bei der Präparation von Fasern üblich, sind eine bleibende Aufhellung bzw. Färbung erzielt werden kann. So werden sowohl bei Auftrag durch einen Dosierstift als auch im Tauchbad bei einer Kontakttemperatur (Galette) von 190°C (Verweilzeit 4 sec) hervorragende Weißeffekte erzielt, ohne die Reibungseigenschaften des Präparationssystems zu beeinträchtigen. Die bevorzugten Temperaturen sind auch hier faserabhängig. Bei Polyester liegen diese Temperaturen zwischen 100 und 220°C, bevorzugt zwischen 130 und 200°C, ganz besonders bevorzugt bei 190°C. Bei modernen Hochtemperaturheizern kann das Fasermaterial kurzfristig bei Temperaturen von 550°C und höher ausgesetzt werden, wobei die Expositionszeiten im 1/10 Sekunden-Bereich und darunter liegen.

Bevorzugte Temperaturen für Polypropylen liegen bei 160 – 280°C, bei Polyamid bei 130 – 170°C.

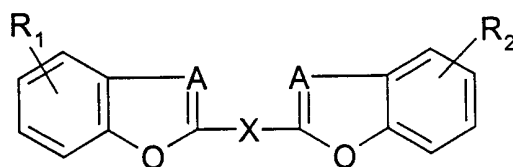
Bei Polyacrylnitrilfasern und Viscosefasern werden Temperaturen von 100 – 120°C bevorzugt.

Normalerweise braucht man zum Thermofixieren von PES-Aufhellern Fixierzeiten von 15 bis 40 Sekunden bei Temperaturen von 160 bis 220°C, um den Aufheller in der Faser zu fixieren. Die durch die herkömmlichen Applikationsverfahren aufgebrachten Aufhellermengen liegen, wie schon vorab angedeutet, bei ca. 100 - 1500 ppm, um ausreichende Weißeffekte bzw. ein Vollweiß zu erzielen, während bei der Spinnmasseaufhellung 100 - 300 ppm zu diesem Zweck eingesetzt werden. Überraschenderweise wurde nun gefunden, daß bei dem erfindungsgemäßen Verfahren bereits mit Konzentrationen von z.B. 35 ppm Aufheller oder Farbstoff (bzgl. Wirksubstanz) Effekte erzielt werden können, welche nach herkömmlichen

Verfahren nur mit einem Vielfachen dieser Aufheller- oder Farbstoffmenge erreicht werden.

- Als optische Aufheller oder Farbstoffe eignen sich alle handelsüblichen Textilaufheller oder Farbstoffe für Synthefasern. So können diese Produkte mit Dispergiermitteln versehen oder bei wasser- oder lösungsmittellöslichen Produkten, in gelöster Form dem Präparationsmittel zugegeben werden. Die Zusammensetzung der Dispergiermittel ist dabei nicht kritisch, darf jedoch mit dem Präparationssystem keine Ausfällungen oder Abtrennungen bewirken.
- Die handelsüblichen Dispersionsaufheller oder wasser- oder lösungsmittellöslichen Typen entsprechen diesen Anforderungen. Geeignete optische Aufheller oder Farbstoffe für das erfindungsgemäße Verfahren sind nichtionische Polyesteraufheller oder -farbstoffe, anionische PA- oder Viscose-Aufheller oder -farbstoffe oder kationische Polyacrylnitrilaufheller oder -farbstoffe. Nichtionische Aufheller oder Farbstoffe können auf Polyamid oder Polyolefinfasern hervorragende Weißeffekte bewirken. Die optischen Aufheller oder -farbstoffe können allein oder in Mischungen eingesetzt werden, wobei auch synergistische Effekte auftreten können. Für das erfindungsgemäße Verfahren eignen sich ohne Einschränkung Aufheller oder Farbstoffe mit folgenden Strukturen:

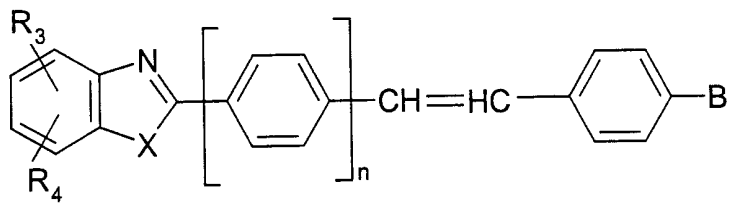
Nichtionische Aufheller der Formeln (1) - (8):



(1)

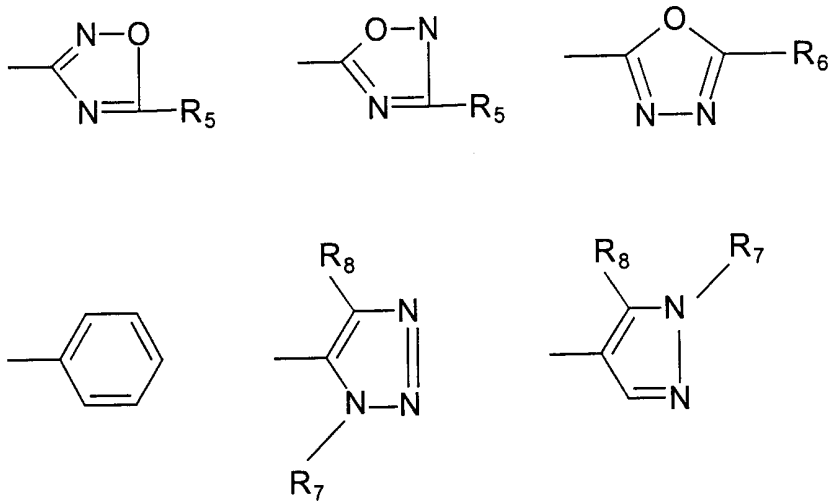
25

worin R_1 und R_2 unabhängig voneinander H oder (C_1-C_6) -Alkyl, $A = N$ oder C und X eine Bindung über 1,4 Naphthyl-, 2,5-Thiophen-, 2,5-Furan-, 1,4-Phenyl, Ethylen-, Stilben-, Styryl- oder Imidazolyleinheiten bedeuten;

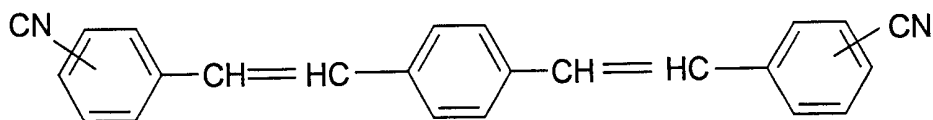


(2)

- wobei X = O oder S, R₃ in 5-Stellung ein H- oder Cl-Atom, eine Methyl- oder Phenylgruppe und R₄ ein H-Atom, oder R₃ und R₄ beide eine Methylgruppe in 5, 6- oder 5, 7-Stellung, n = 0 oder 1 und B eine Cyano- oder Carbo-(C₁-C₄)-alkoxygruppe oder eine Gruppe der Formeln:

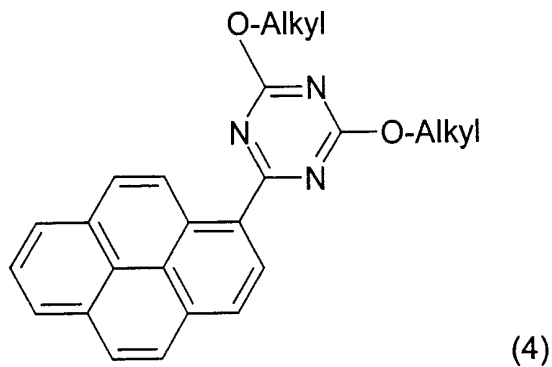


- 10 bedeuten, worin R₅ (C₁-C₆)-Alkyl, (C₁-C₆)-Chloralkyl, (C₁-C₄)-alkoxy-(C₁-C₄)alkyl, Hydroxy-(C₁-C₄)-alkyl oder eine Gruppe der Formel -(CH₂CH₂O)_n-R, mit n = 2 oder 3 und R = Wasserstoff oder (C₁-C₄)-Alkoxyphenyl, R₇ = (C₁-C₄)-Alkyl und R₈ = Cyano- oder Carbo-(C₁-C₄)-alkoxy bedeuten;

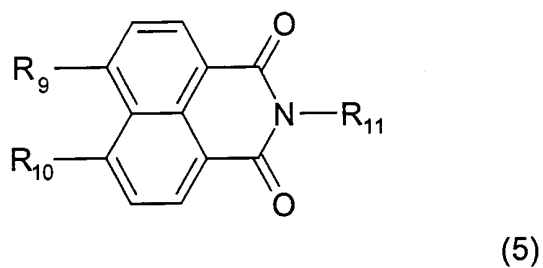


(3)

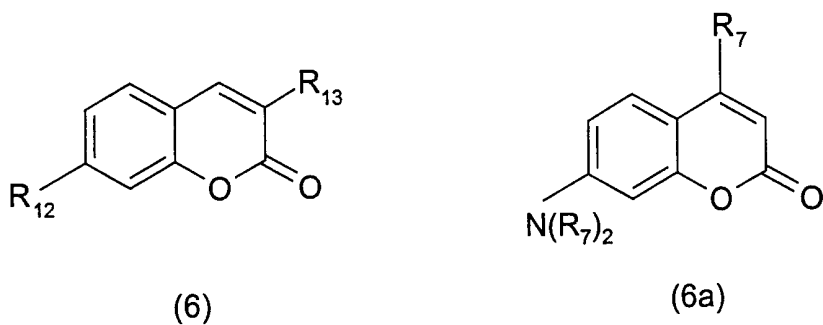
wobei die CN-Gruppen gleich oder unterschiedlich in o, m, p-Stellung sich befinden können;



5

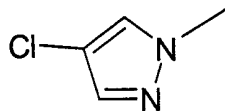


wobei R₉ Wasserstoff oder Alkoxy-, R₁₀ Alkoxy- und R₁₁ Alkyl-, Alkoxyalkyl- oder
10 Dialkylaminoalkyl bedeuten;

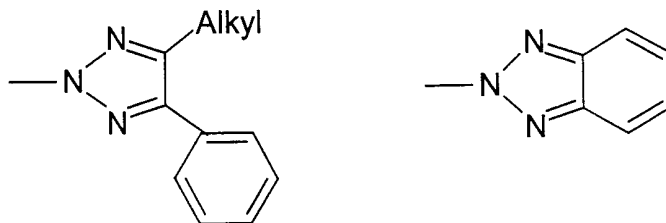


wobei R₁₂ = Phenyl oder die Gruppe der Formel:

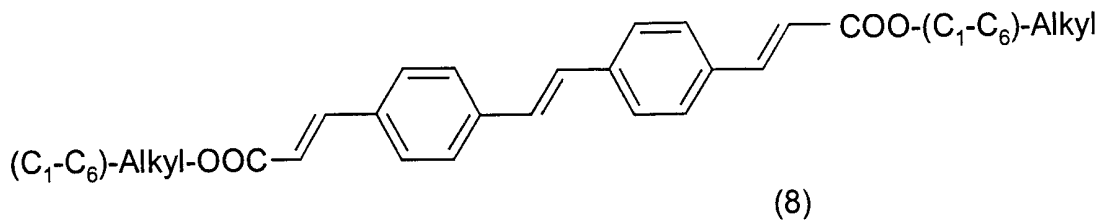
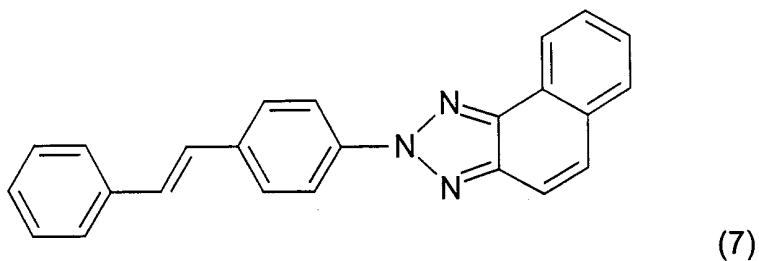
15



und R_{13} eine der Gruppen der Formeln:

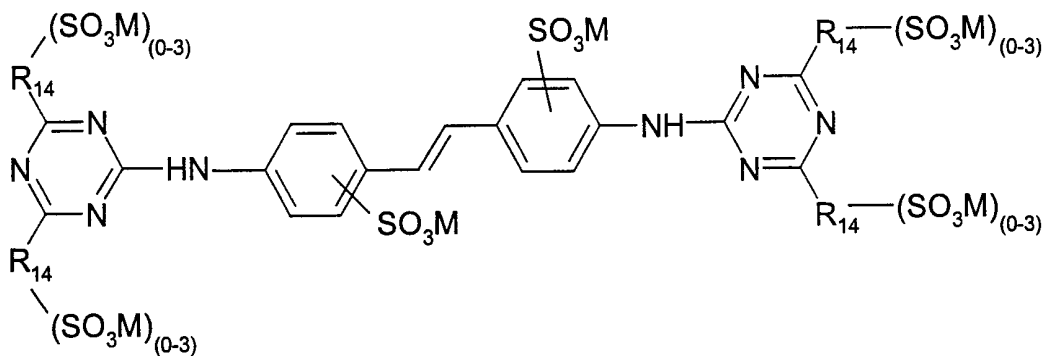


5 bedeuten.



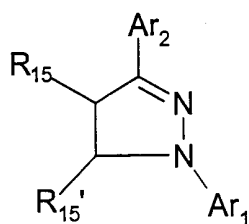
10

Anionische Aufheller, welche sich besonders für Polyamid und Viskose eignen, entsprechen den Formeln (9) bis (23b):



15

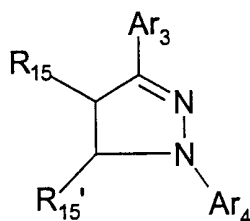
- worin R_{14} jeweils unabhängig für OH, NH_2 , O-(C₁-C₄)-Alkyl, O-Aryl, NH-(C₁-C₄)-Alkyl, N-((C₁-C₄)-Alkyl)₂, N-((C₁-C₄)-Alkyl)-((C₁-C₄)-Hydroxyalkyl), N-((C₁-C₄)-Hydroxyalkyl)₂, NH-Aryl, Morpholino, S-(C₁-C₄)-Alkylaryl oder Cl und M für Na⁺, K⁺, NH₄⁺ oder NH_(4-a)R_a steht, worin a = 1, 2 oder 3 und R = C₁-C₄-Hydroxyalkyl,
- 5 insbesondere C₂-Hydroxyalkyl ist, wobei die stöchiometrischen Indizes der Sulfonatgruppen von der Art des Restes R_{14} abhängig sind, nämlich davon, wie viele solcher Gruppen diesen Rest tragen kann;



(10)

10

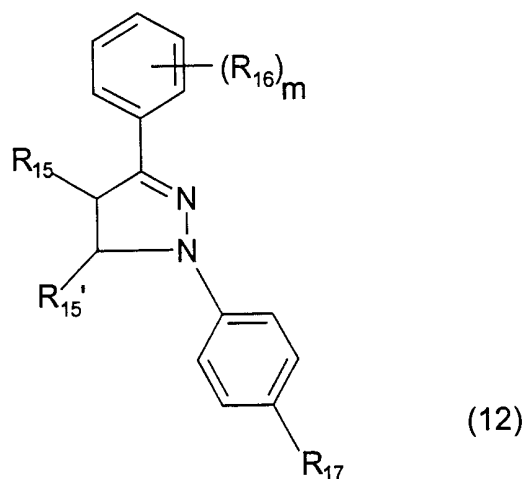
wobei Ar_1 und Ar_2 unabhängig voneinander substituierte oder unsubstituierte Arylreste und R_{15} und $R_{15'}$, die gleich oder verschieden sein können, Wasserstoff, (C₁-C₄)-Alkyl oder Phenyl bedeuten;



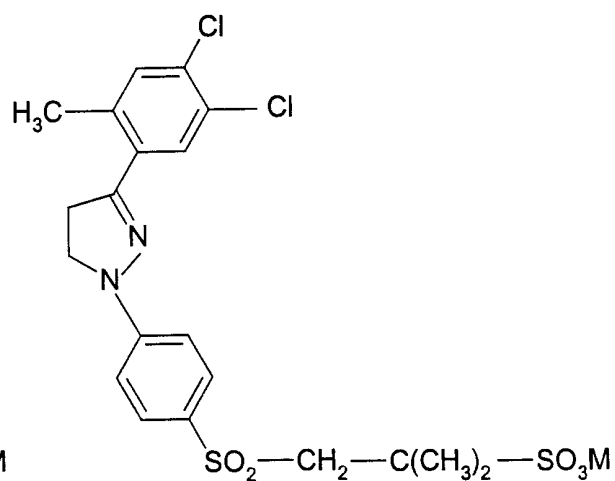
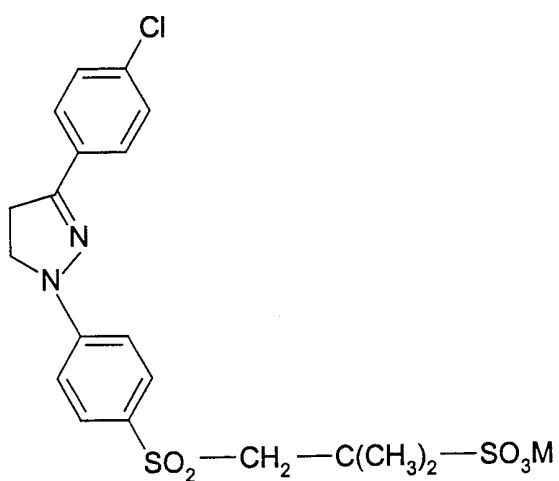
(11)

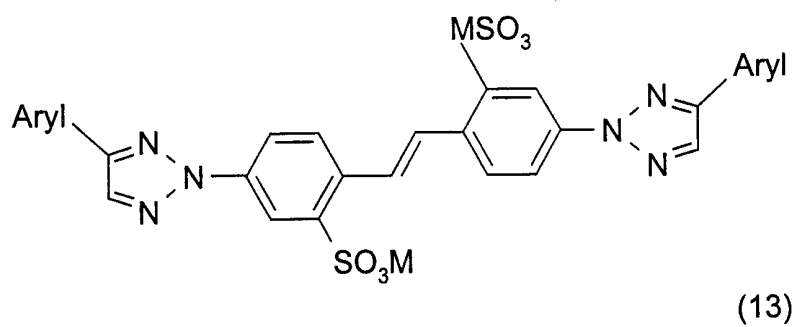
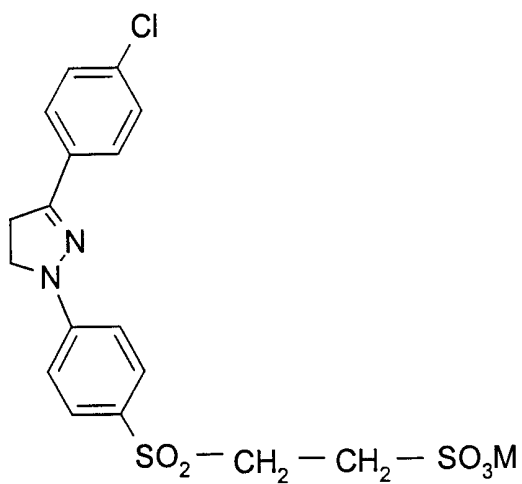
15

- worin Ar_3 und Ar_4 unabhängig voneinander Phenyl-, Diphenyl- oder Naphtylreste bedeuten, die weitere Substituenten wie Hydroxy, (C₁-C₆)-Alkyl-, (C₁-C₆)-Alkoxy-, Halogen, Hydroxyalkyl-, Amino-, Alkylamino-, Acylamino-, Carboxyl-,
- 20 Alkoxy-carbonyl-, Sulfonsäure-, Sulfosäureester-, Alkylsulfonyl-, Arylsulfonyl-, Sulfonyl- und Sulfonamidgruppen tragen können;

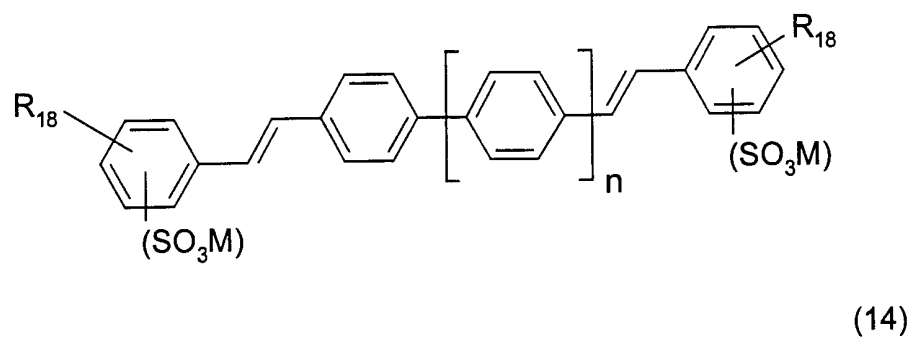


- worin R_{16} Halogen oder (C_1-C_6) -Alkyl, R_{17} eine substituierte oder unsubstituierte (C_1-C_6) -Alkoxycarbonyl-, (C_1-C_6) -Alkylsulfonyl-, Sulfonamid- oder Sulfonsäure-Gruppe mit $M = 0; 1; 2$ oder 3 bedeuten;

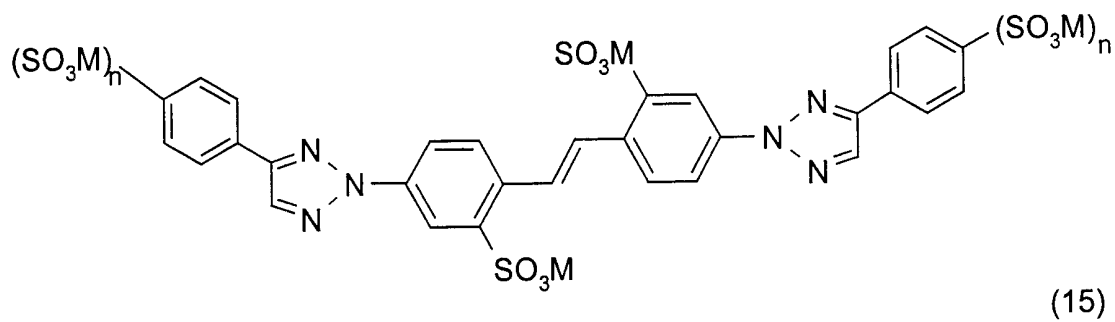




5

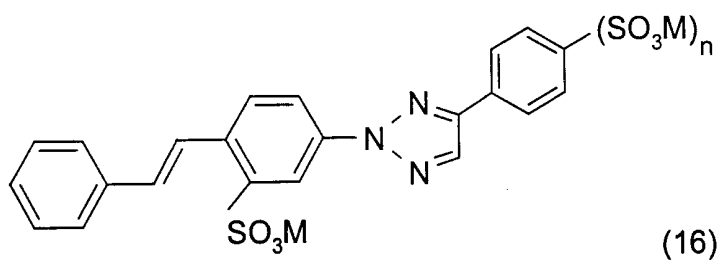


- 10 Mit R_{18} = H, Alkyl, Oxalkyl, Halogen, CN, COO-(C₁-C₄)-Alkyl oder CO-N[(C₁-C₄)-Alkyl]₂ und n = 0 oder 1;



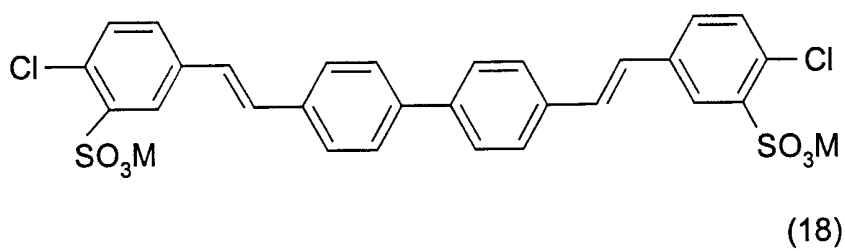
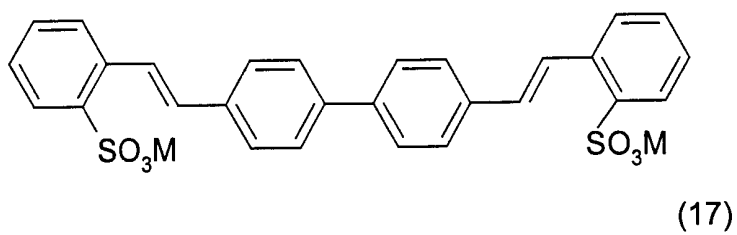
worin $n = 0$ oder 1 bedeutet;

5

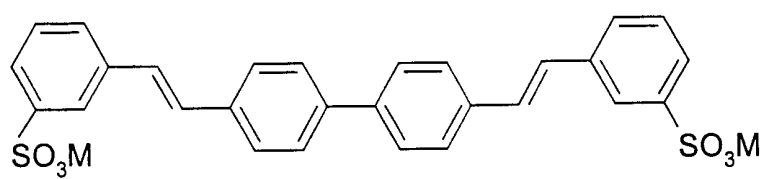


worin $n = 0$ oder 1 bedeutet;

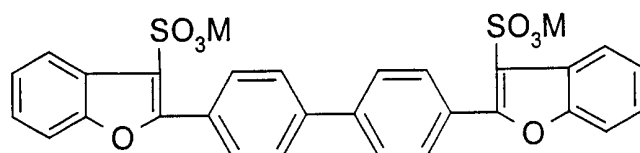
10



15

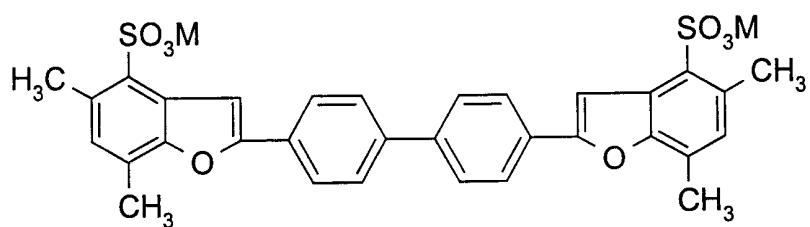


(19)

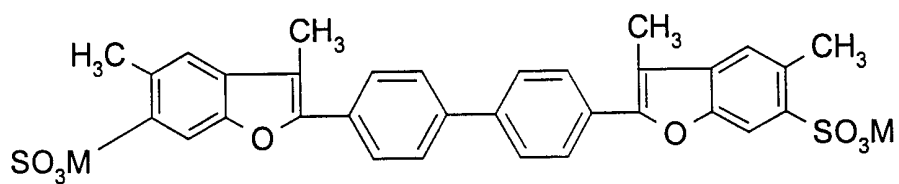


(20)

5

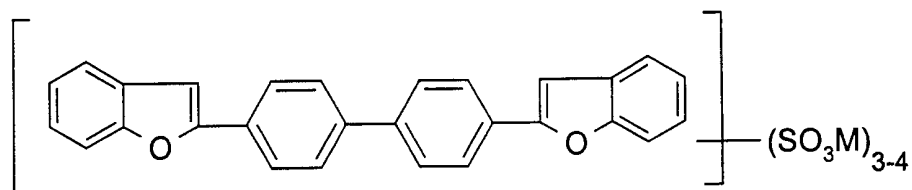


(21)



(22)

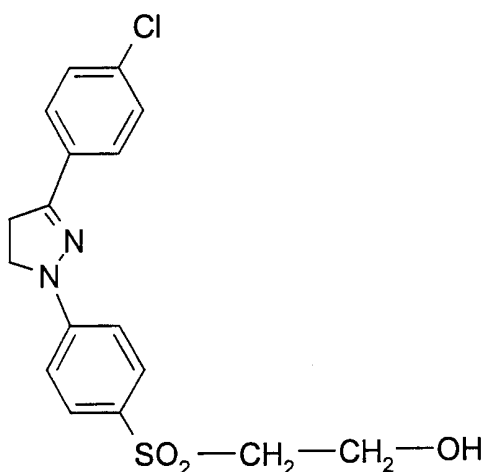
10



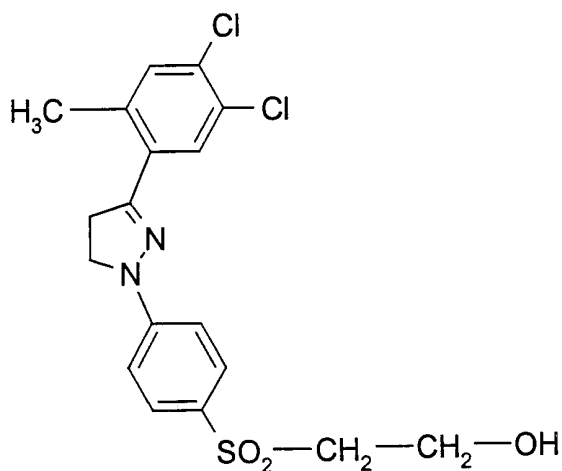
(23)

worin die Sulfonatgruppen an beliebigen Positionen der aromatischen Systeme stehen können.

5 Nichtionische Aufheller für Polyamide entsprechen den Formeln 23a, 23b oder den Formeln 1-8.

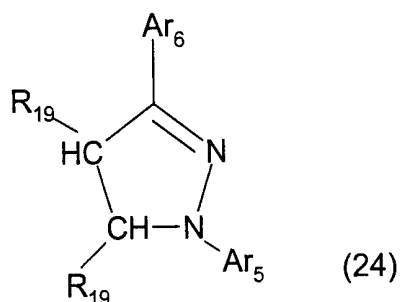


(23a)

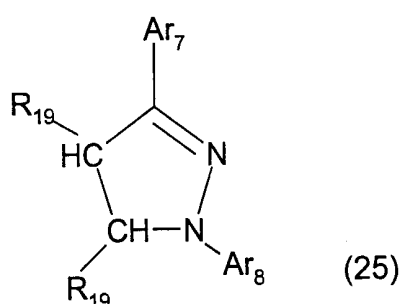


(23b)

Bei den kationischen optischen Aufhellern handelt es sich um Verbindungen von
 10 Formeln mit Pyrazolingrundstruktur, welche in der Salzform vorliegen, also Säure-
 Additionssalze sind. Als Säuren kommen hierfür solche in Betracht, die farblose
 Anionen haben, wie z. B. $\text{C}_1\text{-C}_3$ -Alkanoate, $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkanphosphate, $\text{C}_1\text{-C}_4$
 Alkansulfonate, $\text{C}_2\text{-C}_3$ -Hydroxyalkanoate, Alkansulfonate, Phosphit, Sulfamid,
 Halogenide, Methosulfat, p-Toluolsulfonat, vorzugsweise solche, die gute
 15 Wasserlöslichkeiten aufweisen. Darunter sind auch Verbindungen der Formeln
 (24) bis (30) zu verstehen:



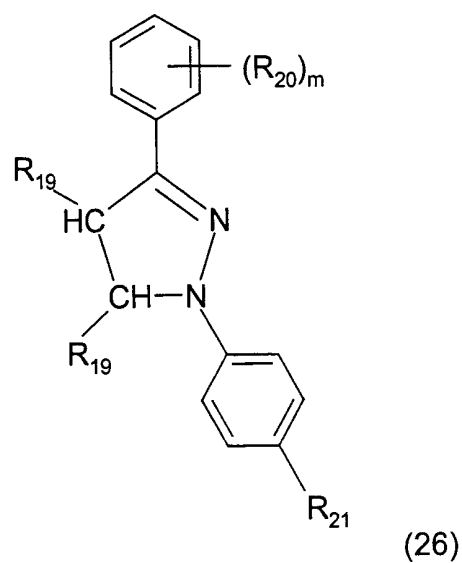
worin Ar₅ und Ar₆ unabhängig voneinander substituierte oder unsubstituierte Arylreste und R₁₉ Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl oder Phenyl bedeuten.



5

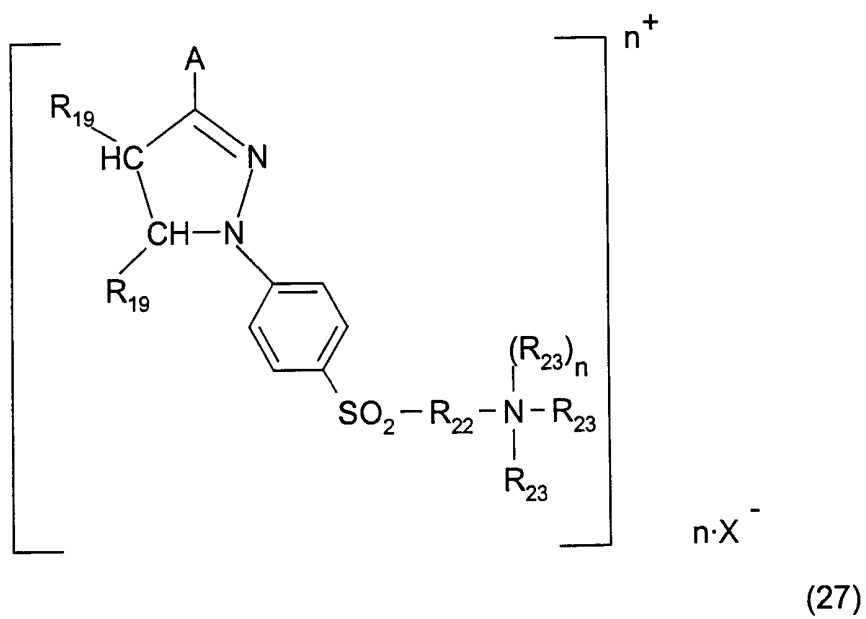
- Worin Ar₇ und Ar₈ unabhängig voneinander Phenyl-, Diphenyl- oder Naphtylreste bedeuten, die weitere Substituenten wie Hydroxy, C₁-C₆-Alkyl-, C₁-C₆-Alkoxy, Halogen, Hydroxyalkyl, Amino-, Alkylamino-, Acylamino-, Carboxyl-,
- 10 Alkoxycarbonyl-, Sulfonsäure-, Sulfonsäureester-, Alkylsulfonyl-, Sulfonyl- und Sulfonamidgruppen tragen können, und R₁₉ die obige Bedeutung hat.

Besonders zu erwähnen sind Verbindungen der Formel:

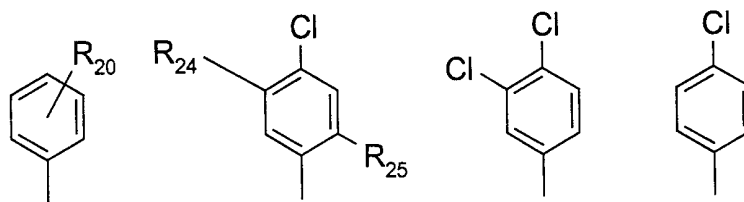


- worin R_{20} Wasserstoff, Halogen oder C_1 - C_6 -Alkyl, R_{21} eine substituierte oder unsubstituierte C_1 - C_6 -Alkoxycarbonyl-, C_1 - C_6 -Alkansulfonyl-, Sulfonamid- oder Sulfonsäure-Gruppe, $m = 0; 1; 2$ oder 3 bedeuten und R_{19} die obige Bedeutung hat.

Besonders bevorzugt sind Verbindungen der Formel:

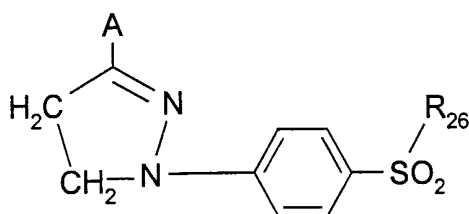


worin A eine Gruppe der Formeln:



bedeutet und worin R_{22} substituiertes oder unsubstituiertes C_1 - C_6 -Alkyl, C_1 - C_6 -Alkyl-O- $(C_1$ - $C_6)$ -Alkyl, $(C_1$ - $C_6)$ -Alkyl-CONH- $(C_1$ - $C_6)$ -Alkyl, $(C_1$ - $C_6)$ -Alkyl-CONH- $(C_1$ - $C_6)$ -Alkyl, -NH- $(C_2$ - $C_4)$ -Alkyl oder $(C_2$ - $C_4)$ -Hydroxyalkyl-NH- $(C_2$ - $C_4)$ -Hydroxyalkyl, R_{23} unabhängig voneinander Wasserstoff, $(C_1$ - $C_6)$ -Alkyl, $(C_2$ - $C_6)$ -Hydroxyalkyl oder jeweils zwei Reste R_{23} zusammen mit N-Atom eine Morpholino-, Pyrrolidino-, Piperidino-, N-Alkylpiperazino- oder N-Hydroxyethylpiperazinogruppe, R_{24} und R_{25} unabhängig voneinander Wasserstoff, Methyl, oder Chlor bedeuten, R_{19} die obige Bedeutung hat, $n = 0$ oder 1 und X ein farbloses Anion ist.

Als gebräuchliche Pyrazolin-Aufheller kommen vor allem die Verbindungen der folgenden Formel in Frage:

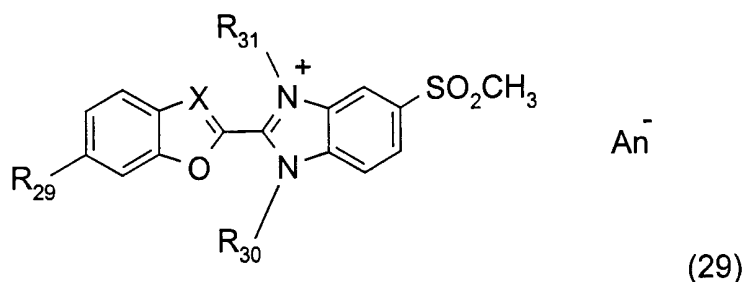


(28)

worin A eine 4-Chlorphenylgruppe und R_{26} eine Gruppe der folgenden Formeln darstellt: $-NH_2$, $-C_2H_4N(CH_3)_2$, $-CH_2CHCH_3N(CH_3)_2$, $-C_2H_4OC_2H_4N(CH_3)_2$, $-CH(CH_3)CH_2N(CH_3)_2$ oder A eine 2-Methyl-4,5-dichlorphenylgruppe und R_{26} eine Gruppe der Formel $-C_2H_4N(CH_3)_2$, $(CH_2)_x-OCOR_{27}$ oder $(CH_2)_x-OCOR_{28}$, x eine Zahl von 1 bis 4, R_{27} C_1 - C_6 , vorzugsweise C_1 - C_3 -Alkyl oder C_1 - C_6 , vorzugsweise C_1 - C_3 -Hydroxyalkyl, R_{28} Wasserstoff oder C_1 - C_6 , vorzugsweise C_1 - C_3 -Alkyl darstellen.

Als C₁-C₆-Alkylreste kommen unverzweigte und verzweigte Alkylreste, wie der Methyl-, Ethyl-, Propyl-, Butyl-, Pentyl-, und Hexylrest in Betracht. Entsprechendes gilt für die C₁-C₈-Alkoxygruppen und für die C₁-C₆-Alkylengruppen.

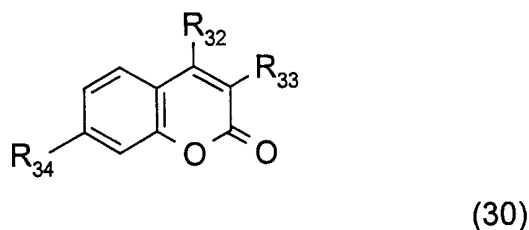
- 5 Weitere Verbindungen kationischer Natur sind Benzimidazol-benzofuran-Derivate oder Benzimidazol-benzoxazol-Derivate der allgemeinen Formel:



- 10 wobei X = N, oder CH sein kann und R₂₉ C₁-C₄-Alkoxy, R₃₀ und R₃₁ unabhängig voneinander C₁-C₄-Alkyl und An⁻ für ein farbloses Anion wie oben beschrieben steht.

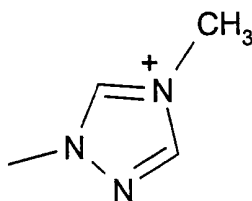
Weitere Verbindungen kationischer Natur sind auf Cumarin-Basis, aufgebaut.

15

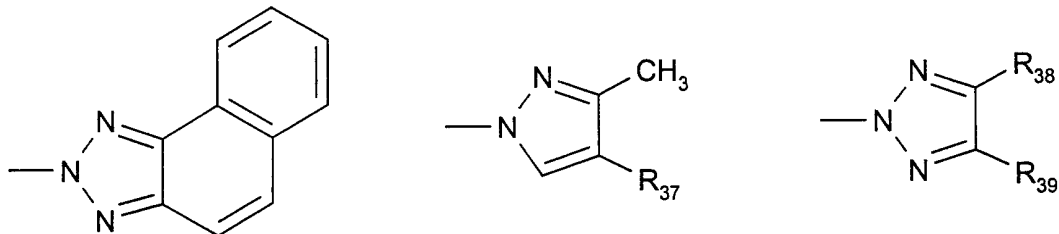


worin R₃₂ Wasserstoff, Halogen oder CH₂COOH, R₃₃ Wasserstoff, Phenyl, COO-(C₁-C₄)-Alkyl oder eine Gruppe der folgenden Formel sein kann:

20



und R_{34} O-(C₁-C₄)-Alkyl, N[(C₁-C₄)-Alkyl]₂, NH-CO-(C₁-C₄)-Alkyl oder eine Gruppe der Formeln



5

wobei R_{37} , R_{38} und R_{39} unabhängig voneinander Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl oder Phenyl bedeuten. Die Einsatzkonzentrationen an optischen Aufhellern können erstaunlicherweise sehr niedrig liegen. Bezogen auf die Präparationsmischung werden schon mit 0,01 % handelsübliche Aufhellermischungen bzw. 0,001 %

10 Wirksubstanz deutliche Weißeffekte erzielt.

Beispiel 1

Verwendetes Garn:

15 Das Beispiel beschreibt die Präparierung eines Polyestergarns mit einem Fasertiter von 167 f 64 und einem TiO₂-Gehalt (A-Type) von 0,4 %.

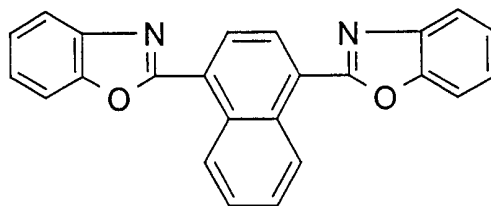
Eingesetzte Präparationsmischung:

Die Präparation wird aus 75 Teilen Afilan V 4657 (da Afilan[®] V 4657 30 % Wirksubstanz enthält, entspricht dies 22,5 Teilen Wirksubstanz), 17,5 Teilen

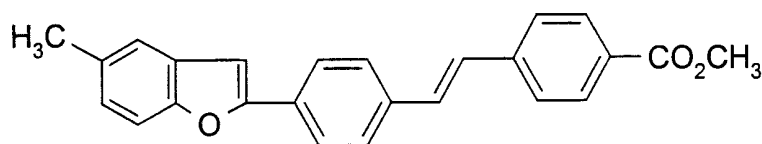
20 Wasser und 7,5 Teilen Afilan V 4760 angesetzt. Diesem Präparationsgemisch werden

5 Teile einer dispergierten Aufhellermischung zugegeben:

Die dispergierte Aufhellermischung besteht aus 4,9 % des Aufhellers der Formel:



und 2,1 % des Aufhellers der Formel:



5

Von der so erhaltenen Mischung werden 8,5 g eingewogen und mit Wasser auf 400 g aufgefüllt. Diese Mischung wird benutzt, um das weiter unten beschriebene Tauchbad zu füllen.

10

Applikation:

Die so erhaltene Gesamtmischung wird nach folgendem Verfahren aufgetragen: Von einer Spule mit präparationsfreiem Polyestergarn (wie oben beschrieben) wird der Faden mit einer konstanten Geschwindigkeit von 70 m/min abgezogen.

15 Der Faden wird auf einer Gesamtlänge von 15 cm durch ein Tauchbad geführt, das 400 g der oben beschriebenen Mischung enthält.

20 Der so benetzte Faden wird zwischen Kontaktflächen hindurchgeführt und abgequetscht. Zur Trocknung wird das Garn mehrfach derart über eine auf 190°C erhitzte Galette geführt, daß die gesamte Kontaktzeit 4 Sekunden beträgt. Anschließend wird das Garn aufgewickelt und der Weißeffektbestimmung und der Analyse des Aufhellergehaltes zugeführt.

25 Die auf der Faser durch Auflösen und UV-Spektrometrie bestimmte Menge an Aufheller beträgt 35 ppm. Der erzielte Weißeffekt - nach der Methode Ganz/Grießen bestimmt - beträgt 161 Weißgradeinheiten. Die Weißeffekte sind

waschstabil und zeigen eine Lichtechtheit von 6 - 7 (nach DIN 54004). Die Laufeigenschaften und Reibwerte der Faser beeinträchtigen die weitere Verarbeitung nicht.

5 Beispiel 2:

Vergleichend zu Beispiel 1 wurde eine Aufhellung in der Polyester-Spinnmasse durchgeführt. Der Aufheller wird in der Polykondensationsstufe zugegeben.

	1000	g	Dimethylterephthalat (DMT)
10	720	g	Ethylenglykol
	0,23	g	Mangan(II)acetat

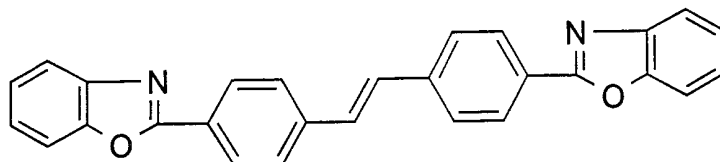
werden in einen 2 l Kolben, ausgerüstet mit einem VA-Rührer, einer 20 cm Füllkörperkolonne und einem Kühlersystem, eingetragen. Das Heizbad wird auf
15 160°C erhitzt, nach dem Schmelzen des DMT wird der Rührer gestartet und die Apparatur mit einem N₂-Strom gespült.

Nach dem Beginn der Abdestillation des Methanols wird die Temperatur alle
15 Minuten um je 10°C bis auf 230 - 235°C gesteigert und auf diesem Niveau
20 gehalten, bis alles Methanol abdestilliert ist.

	0,3	g	Sb ₂ O ₃
	0,09	g	H ₃ PO ₃
	4,0	g	TiO ₂ (A-Type)

25

und 0,1 g eines Aufhellers der Formel:



dispergiert in Ethylenglykol in den 2 l Kolben hineingegeben, welcher nun mit einem Kondensator für die Glykoldestillation und mit einer Vakuumpumpe versehen ist. Die Badtemperatur wird auf 250°C erhöht und der Kolben mit reinem Stickstoff gespült. Sobald die Viskosität des Kolbeninhaltes es erlaubt, wird mit

5 dem Rühren begonnen. Nachdem vollständigen Aufschmelzen des Umesterungsproduktes wird der N₂-Strom unterbrochen und folgendes Polykondensationsprogramm begonnen:

15 min bei 799 mbar

10 15 min bei 532 mbar

15 min bei 266 mbar

15 min bei 133 mbar

15 min bei 60 mbar

15 min bei 13 mbar

15 Dieser Vorgang wird durch Temperaturerhöhung auf 250 - 270°C unter einem Vakuum von mind. 0,013 mbar ergänzt, wobei die Rührergeschwindigkeit mit 180 U/min konstant gehalten wird. Nachdem die gewünschte Viskosität erreicht ist, wird das Heizsystem entfernt und der Kolben, welcher beim Abkühlen gesprengt

20 wird, dementsprechend geschützt.

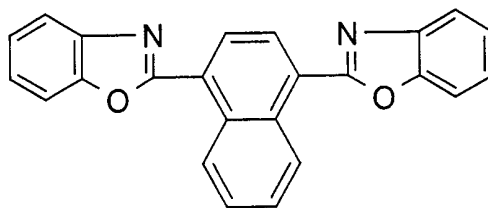
Die Polyestermasse wird hydraulisch gebrochen und nach CO₂-Kühlung gemahlen. Das Material wird 5 h bei 120°C getrocknet und versponnen. Die Weißeffekte der ersponnenen Faser nach der Methode/Grießen betragen 160

25 Weißgradeinheiten.

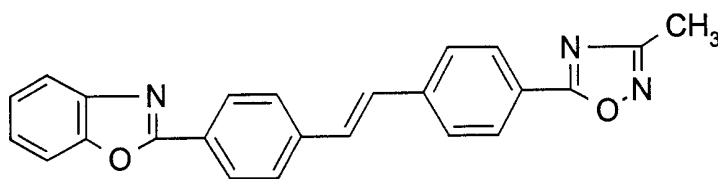
Beispiel 3:

Es wird wie bei Beispiel 1 gearbeitet. Zum Einsatz gelangt jedoch eine

30 dispergierte Aufhellermischung bestehend aus je 1 % des Aufhellers der Formel:



und 5,5 % der Formel:

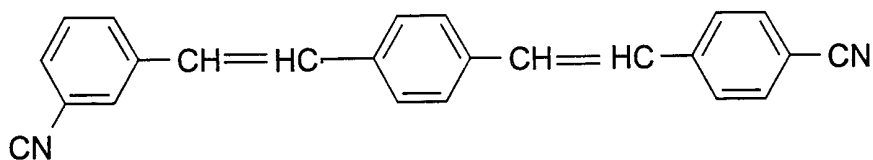


5

Es wurden hervorragende Weißeffekte mit einer Lichtechtheit von 7 erzielt (DIN 54004).

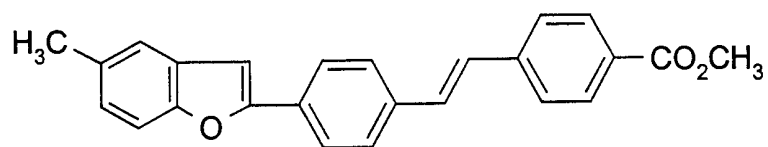
10 Beispiel 4:

Es wird wie bei Beispiel 1 gearbeitet. Als Aufheller gelangt eine dispergierte Mischung aus 8,0 % der Formel:



15

und 15 % der Formel:



20

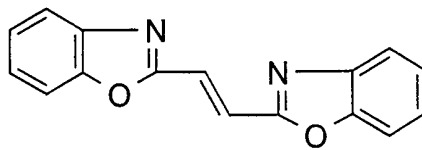
zur Verwendung.

Die analytisch bestimmten Mengen an optischer Aufhellermischung betragen 75 ppm. Die gemessenen Weißgrade nach Ganz/Grießen betragen 158. Die Aufhellereffekte sind waschstabil und man erhält eine Lichtechtheit von 5 - 6 (DIN 54004).

5

Beispiel 5:

Es wird wie bei Beispiel 1 gearbeitet. Als Aufheller werden 10 % einer Dispersion mit 20 % Aktivgehalt der Formel:



10

eingesetzt. Es wurden sehr gute Weißeffekte mit einem Weißgrad von 158 nach der Methode von Ganz/Grießen erzielt. Die Faser enthält 160 ppm des optischen Aufhellers.

15

Beispiel 6:

Das in Beispiel 1 verwendete Polyestergarn wird bei 130°C über 45 min in einem Bad mit einem Flottenverhältnis von 1:20 mit 0,08 % (160 ppm) des Aufhellers von Beispiel 5 so aufgehellt, daß der Aufheller praktisch quantitativ aus dem Bad auf die Faser aufgezogen ist. Nach dem Spülen und Trocknen erzielt man einen Weißgrad nach Ganz/Grießen von 153.

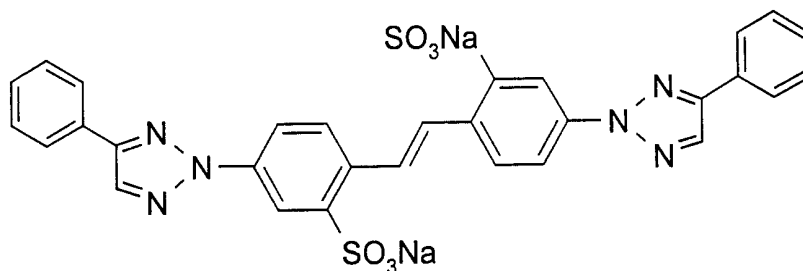
20

Beispiel 7:

Als Faserpräparation wird eine handelsübliche Flachgarnpräparation für Polyester- und Nylon-Filamente (Afilan 4097) mit Wasser auf 10 % Aktivgehalt verdünnt. Es wird präparationsfreies Polyamid 6 mit einem Titer 220 f 40 eingesetzt. Die Applikation erfolgt wie in Beispiel 1 beschrieben, die Galettentemperatur wird jedoch auf 150°C gesenkt. Bezogen auf die eingesetzte Menge Präparation (Aktivgehalt) werden 10 % einer 10 % wäßrigen Einstellung des Aufhellers der Formel:

25

30

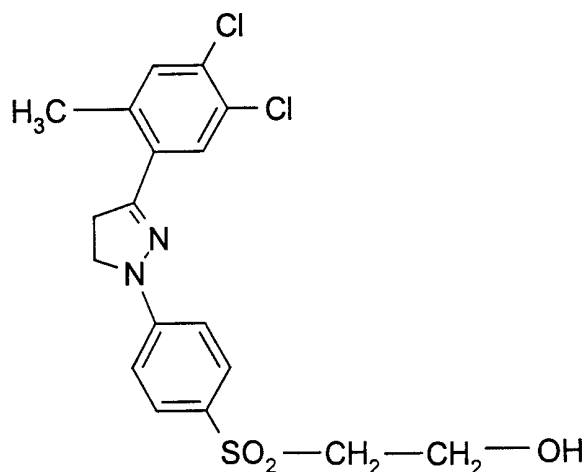


eingesetzt. Der pH-Wert des Applikationsbades liegt im neutralen Bereich. Die auf
die Faser aufgezugene Aufhellermenge beträgt 217 ppm Wirksubstanz mit sehr
5 gutem Weißeffekt. Ähnliche Effekte werden bei pH 5.5 erhalten.

Beispiel 8:

Es wird wie bei Beispiel 7 gearbeitet. Zum Einsatz gelangt ein optischer Aufheller
der Formel:

10



in 13 %iger Dispersion. Es wurden sehr gute Aufhelleffekte erzielt. Die von der
Faser aufgenommene Aufhellermenge beträgt 120 ppm an Wirksubstanz.

15

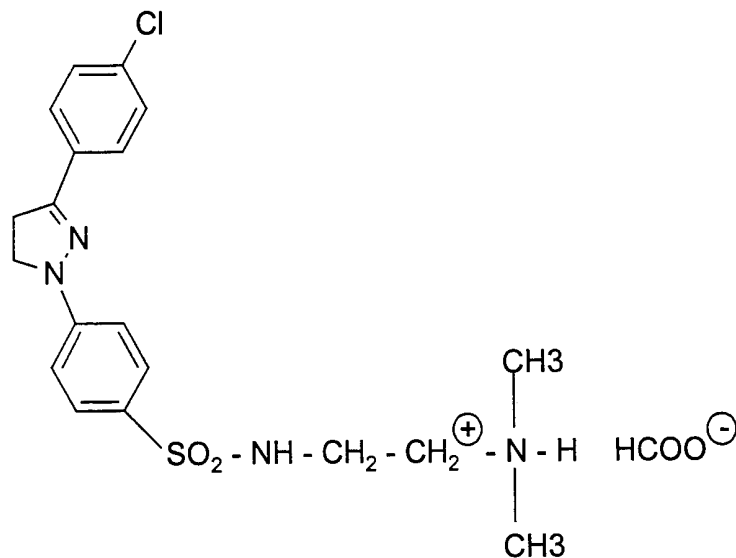
Beispiel 9:

Es wird bei Beispiel 1 gearbeitet. Der Präparationsmischung werden jedoch 10
Teile des Dispersionsfarbstoffes Foron[®] Brillantviolett S-3RL zugegeben. Es wird
eine gleichmäßig brillantviolett gefärbte Faser erhalten. Die Färbung ist
20 waschbeständig.

Beispiel 10:

Die handelsüblichen Präparationskomponenten Afilan AP und Afilan GD werden im Verhältnis 1:2 gemischt und das Gemisch mit Wasser verdünnt, so daß eine 10 %ige Emulsion erhalten wird. Hierzu werden 0.65 % einer handelsüblichen

- 5 Einstellung (ca. 15 % Aktivgehalt) des Aufhellers:



- Als Fasermaterial wird eine präparationsfreie Polyacrylfaser mit einem Titer 330 f
 10 100 gewählt. Die Galettentemperatur beträgt 120°C. Die Applikation erfolgt
 ansonsten wie in Beispiel 1 beschrieben, die Flottenaufnahme etwa 100 %. Auf
 der Faser befinden sich anschließend 55 ppm optischer Aufheller, welche einen
 deutlichen Aufhellereffekt bewirken.

15 Beispiel 11:

- Die in Beispiel 1 beschriebene Präparationsmischung wird mit 1,0 g des
 Farbstoffes Nylosan® Blau FL 150 anstelle des Aufhellers versetzt und unter
 Rühren mit 10 %iger Essigsäure auf pH 5,4 gestellt. Ansonsten wird wie bei
 Beispiel 7 gearbeitet. Man erhält eine intensiv blau gefärbte Faser mit guten
 20 Echtheiten.

Beispiel 12:

Es wird wie unter Beispiel 1 beschrieben, gearbeitet, zum Einsatz gelangt jedoch unaufgeteilte, gewaschene Viscose-Faser, dtex 200, als Präparationsmittel wird ein 10 %iger Stammansatz aus den handelsüblichen Produkten Leomin HSG-R und Leomin WG im Verhältnis 60:40 verwendet, welches 5 % des optischen 5 Aufhellers Leukophor BMB flüssig enthält. (Mittelaffines DAS-Derivat) Die Kontaktzeit auf der Galette beträgt 4 Sekunden bei 120°C. Es wird eine Weißgradsteigerung von 40 Weißgradeinheiten nach der Formel von Ganz erzielt.

Patentansprüche

1. Verfahren zum kontinuierlichen Aufhellen oder Färben von Kunstfasern
5 oder cellulosischen Fasern, indem man einen optischen Aufheller oder einen Farbstoff zusammen mit einem Faserpräparationsmittel mit den aufzuhellenden oder zu färbenden Fasern in Kontakt bringt, und diese Fasern anschließend auf eine Temperatur von mindestens 100°C erhitzt.
- 10 2. Verfahren gemäß Anspruch 1, wobei die aufzuhellenden oder zu färbenden Fasern Polyesterfasern, Polyacrylnitrilfasern, Polyamidfasern, Polyurethanfasern, Polypropylenfasern, Viscosefasern und Mischungen dieser Fasern untereinander sind.
- 15 3. Aufgehellte oder gefärbte Fasern mit einem aufgehellten oder gefärbten Bereich außen, und einem nicht oder kaum aufgehellten Bereich im Kern, erhältlich nach dem Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 00/05041

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 D06P1/00 C10M1/08 D06L3/12 D01F1/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 D06P C10M D06L D01F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	FR 2 274 726 A (SILVA CARDONA CARLOS) 9 January 1976 (1976-01-09) page 2, line 30 - page 4, line 8 page 7, line 10 - line 28; claims ----	1-3
X	US 4 583 987 A (KURZ JUERGEN) 22 April 1986 (1986-04-22) examples ----	1-3
X	WO 98 28482 A (THRELKELD JAMES O) 2 July 1998 (1998-07-02) page 7, line 1 - line 23; claims ----	1-3
X	FR 2 086 434 A (SILVA CARDONA CARLOS) 31 December 1971 (1971-12-31) page 3, line 10 - line 17; claims ----- -/--	1-3



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

E earlier document but published on or after the international filing date

L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

* & * document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

14 November 2000

Date of mailing of the international search report

30/11/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Blas, V

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 00/05041

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 98 48100 A (HOECHST IBERICA) 29 October 1998 (1998-10-29) the whole document ---	1-3
X	GB 1 150 168 A (CIBA LIMITED) 30 April 1969 (1969-04-30) the whole document ---	1-3
A	DATABASE WPI Section Ch, Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A87, AN 1971-40088S XP002152773 & JP 46 020874 B (HIROSHIMA SENKO KK) abstract ---	1-3
A	GB 975 814 A (FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT) 18 November 1964 (1964-11-18) page 2, line 28 - line 100; examples 4,5 -----	1-3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 00/05041

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
FR 2274726 A	09-01-1976	BE 830051 A BR 7503693 A DE 2524295 A ES 437758 A IT 1038838 B RO 85027 A	01-10-1975 29-06-1976 18-12-1975 16-01-1977 30-11-1979 17-08-1984
US 4583987 A	22-04-1986	DE 3500168 A DE 3681796 A EP 0187136 A	17-07-1986 14-11-1991 09-07-1986
WO 9828482 A	02-07-1998	AU 5612098 A	17-07-1998
FR 2086434 A	31-12-1971	DE 2100546 A	18-11-1971
WO 9848100 A	29-10-1998	NONE	
GB 1150168 A	30-04-1969	DE 1619398 A SE 310485 B	09-06-1971 05-05-1969
JP 46020874 B		NONE	
GB 975814 A		CH 368263 B CH 155062 A CH 384129 B CH 410266 B FR 1277632 A FR 1314740 A GB 969259 A NL 124936 C NL 259992 A NL 274543 A US 3159964 A US 3166886 A	30-11-1962 30-03-1962 17-04-1963 08-12-1964 26-01-1965

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 00/05041

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 D06P1/00 C10M1/08 D06L3/12 D01F1/06

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 D06P C10M D06L D01F

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	FR 2 274 726 A (SILVA CARDONA CARLOS) 9. Januar 1976 (1976-01-09) Seite 2, Zeile 30 - Seite 4, Zeile 8 Seite 7, Zeile 10 - Zeile 28; Ansprüche ---	1-3
X	US 4 583 987 A (KURZ JUERGEN) 22. April 1986 (1986-04-22) Beispiele ---	1-3
X	WO 98 28482 A (THRELKELD JAMES O) 2. Juli 1998 (1998-07-02) Seite 7, Zeile 1 - Zeile 23; Ansprüche ---	1-3
X	FR 2 086 434 A (SILVA CARDONA CARLOS) 31. Dezember 1971 (1971-12-31) Seite 3, Zeile 10 - Zeile 17; Ansprüche ---	1-3
	--- -/--	



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

14. November 2000

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

30/11/2000

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Blas, V

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	WO 98 48100 A (HOECHST IBERICA) 29. Oktober 1998 (1998-10-29) das ganze Dokument ---	1-3
X	GB 1 150 168 A (CIBA LIMITED) 30. April 1969 (1969-04-30) das ganze Dokument ---	1-3
A	DATABASE WPI Section Ch, Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A87, AN 1971-40088S XP002152773 & JP 46 020874 B (HIROSHIMA SENKO KK) Zusammenfassung ---	1-3
A	GB 975 814 A (FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT) 18. November 1964 (1964-11-18) Seite 2, Zeile 28 - Zeile 100; Beispiele 4,5 -----	1-3

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 00/05041

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
FR 2274726 A	09-01-1976	BE 830051 A BR 7503693 A DE 2524295 A ES 437758 A IT 1038838 B RO 85027 A	01-10-1975 29-06-1976 18-12-1975 16-01-1977 30-11-1979 17-08-1984
US 4583987 A	22-04-1986	DE 3500168 A DE 3681796 A EP 0187136 A	17-07-1986 14-11-1991 09-07-1986
WO 9828482 A	02-07-1998	AU 5612098 A	17-07-1998
FR 2086434 A	31-12-1971	DE 2100546 A	18-11-1971
WO 9848100 A	29-10-1998	KEINE	
GB 1150168 A	30-04-1969	DE 1619398 A SE 310485 B	09-06-1971 05-05-1969
JP 46020874 B		KEINE	
GB 975814 A		CH 368263 B CH 155062 A CH 384129 B CH 410266 B FR 1277632 A FR 1314740 A GB 969259 A NL 124936 C NL 259992 A NL 274543 A US 3159964 A US 3166886 A	30-11-1962 30-03-1962 17-04-1963 08-12-1964 26-01-1965