

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 475 905 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
14.01.1998 Patentblatt 1998/03

(51) Int Cl.6: **D06M 13/358**
// D06M101:12

(21) Anmeldenummer: **91810709.5**

(22) Anmeldetag: **04.09.1991**

(54) **Photochemisches Stabilisieren von Wolle**

Photochemical stabilisation of wool

Stabilisation photochimique de la laine

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE FR GB IT LI

(30) Priorität: **13.09.1990 CH 2973/90**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
18.03.1992 Patentblatt 1992/12

(73) Patentinhaber: **Ciba Specialty Chemicals Holding Inc.**
4057 Basel (CH)

(72) Erfinder: **Rembold, Manfred, Dr.**
CH-4147 Aesch (CH)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 165 608 EP-A- 0 245 204
EP-A- 0 310 083 US-A- 3 444 164

EP 0 475 905 B1

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

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft die Verwendung von spezifischen UV-Absorbern zum photochemischen Stabilisieren von ungefärbter Wolle oder Wolle enthaltenden Mischfasern.

EP-A-0 310 083 offenbart ein Verfahren zum Löschen oder Unterdrücken der Fluoreszenz von optisch aufgehellten natürlichen oder synthetischen Polyamiden mit sulfonierten UV-Absorbern, welche im Unterschied zu den erfindungsgemäss verwendeten UV-Absorbern eine oder mehrere direkt an einem Benzolring gebundene Sulfogruppe enthalten.

US-A-3,444,164 offenbart Hydroxyphenyl-1,2,3-Triazine, welche sich von den erfindungsgemäss verwendeten Hydroxyphenyl-1,2,3-Triazinen dadurch unterscheiden, dass sie keine auf der Alkylengruppe gebundene Hydroxylgruppe besitzen.

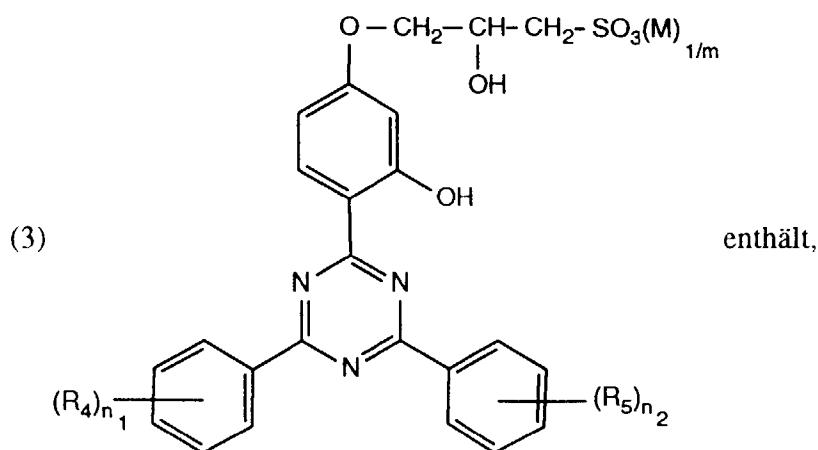
Aus der EP-A-0 417 040 ist ein Verfahren zum Färben von Wolle in Anwesenheit eines UV Absorbers aus der Klasse der 2-(2'-Hydroxyphenyl)-s-triazine bekannt.

Aus der EP-A-0 409 771 ist bekannt, dass man synthetische Polyamidfaser mit Hilfe von Lichtschutzmitteln, die Verbindungen aus der Klasse der sterisch gehinderten Amine enthalten, photochemisch stabilisieren kann.

EP-A-0 245 204 offenbart die photochemische Stabilisierung von synthetischem Polyamidfasermaterial mittels einer Kombination aus organischen Kupferkomplexverbindungen, Lichtschutzmittel und Antioxidantien.

EP-A-0 165 608 offenbart substituierte Hydroxyphenyltriazine und deren spezifische Anwendung als UV-Absorber in den photographischen Materialien.

Die erfindungsgemässe Verwendung ist dadurch gekennzeichnet, dass man die ungefärbte Wolle oder Wolle enthaltende Mischfaser mit einer wässrigen Lösung behandelt, welche mindestens einen UV-Absorber der Formel



worin

R_4 und R_5 , unabhängig voneinander, C_1 - C_{12} -Alkyl, m 1 oder 2, M Wasserstoff, Natrium, Kalium, Calcium, Magnesium, Ammonium oder Tetraalkylammonium, und n_1 und n_2 1 oder 2, bedeuten.

Als Beispiele für C_1 - C_{12} -Alkyl seien Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Hexyl, Heptyl, Octyl, Nonyl, Decyl, Undecyl oder Dodecyl oder Isomere dieser Reste genannt. Besonders bevorzugte Alkylreste enthalten 1 bis 4 Kohlenstoffatome.

Die Alkylradikale in Tetraalkylammonium sind insbesondere unabhängig voneinander C_1 - C_4 -Alkylradikale, wie Butyl, Propyl, Ethyl und vorzugsweise Methyl.

Als M werden Natrium, Kalium und insbesondere Wasserstoff bevorzugt.

Bevorzugt sind Verbindungen der Formel (3), worin

M Wasserstoff; und

R_4 und R_5 Methyl;

bedeuten.

Die Verbindungen der Formel (3) können in an sich bekannter Weise hergestellt werden, z.B. nach den in der EP-A-0 165 608 beschriebenen Verfahren.

Die Menge der zuzusetzenden UV-Absorber hängt vom Substrat und der gewünschten Stabilisierung ab. Im allgemeinen setzt man 0,1 bis 5, vorzugsweise 0,3 bis 3 Gew. %, bezogen auf die Wolle, zu.

Die Verbindungen der Formel (3) werden erfindungsgemäss aus wässrigem Bad appliziert.

Mit den UV-Absorbern können auch die für einen Färbeprozess üblichen Chemikalien der wässrigen Flotte zugefügt werden.

Als übliche Chemikalien können Mineralsäuren, wie z.B. Schwefelsäure oder Phosphorsäure, organische Säuren,

zweckmässig aliphatische Carbonsäuren wie Ameisensäure, Essigsäure, Oxalsäure oder Zitronensäure und/oder Salze wie Ammoniumacetat, Ammoniumsulfat oder Natriumacetat in Betracht kommen. Die Säuren dienen vor allem der Einstellung des pH-Wertes der erfindungsgemäss verwendeten Flotten, der zwischen 3 und 8 liegt.

Die Behandlungsflotten enthalten ausserdem handelsübliche Dispergier- und Egalisierungsmittel und können weiterhin übliche Hilfsmittel wie Elektrolyte, Netzmittel, Entschäumer, Schaumverhütungsmittel, Verdicker oder Wollschutzmittel enthalten.

Besondere Vorrichtungen sind für die Durchführung der erfindungsgemässen Applikation nicht erforderlich. Es können für die Behandlung alle kontinuierlichen und diskontinuierlichen Verfahren mit den dafür üblichen Apparaturen, wie beispielsweise offene Bäder, Kammzug-, Stranggarn- oder Packapparate, Jigger-, Paddelapparate, Baumfärbeapparate, Zirkulations- oder Düsenfärbeapparate oder Haspelkufen verwendet werden. Zweckmässigerweise erfolgt die erfindungsgemässe Applikation im Ausziehverfahren, wobei Normaldruckfärbeapparate verwendet werden.

Beim Ausziehverfahren kann das Flottenverhältnis innerhalb eines weiten Bereiches gewählt werden, z.B. 1:5 bis 1:300, vorzugsweise 1:10 bis 1:50. Man arbeitet zweckmässig bei einer Temperatur von 30 bis 120°C, vorzugsweise 50 bis 98°C.

Beim Kontinue-Verfahren beträgt der Flottenauftrag zweckmässig 30-400 Gew.%, vorzugsweise 75-250 Gew.%. Zur Fixierung wird das Fasermaterial einer Hitzebehandlung unterworfen. Der Fixierprozess kann auch nach der Kaltverweilmethode erfolgen.

Die Hitzebehandlung erfolgt vorzugsweise durch ein Dämpfverfahren unter Behandlung in einem Dämpfer mit gegebenenfalls überhitztem Dampf bei einer Temperatur von 98 bis 105°C während z.B. 1 bis 7, vorzugsweise 1 bis 5 Minuten. Die Fixierung der Verbindungen der Formel (3) gemäss dem Kaltverweilverfahren kann durch Lagerung der imprägnierten und vorzugsweise aufgerollten Ware bei Raumtemperatur (15 bis 30°C), z.B. während 3 bis 24 Stunden erfolgen.

Die Behandlungsdauer beträgt 15 bis 60 Minuten.

Nach Beendigung der Fixierung wird das behandelte Fasermaterial auf übliche Weise gespült und getrocknet.

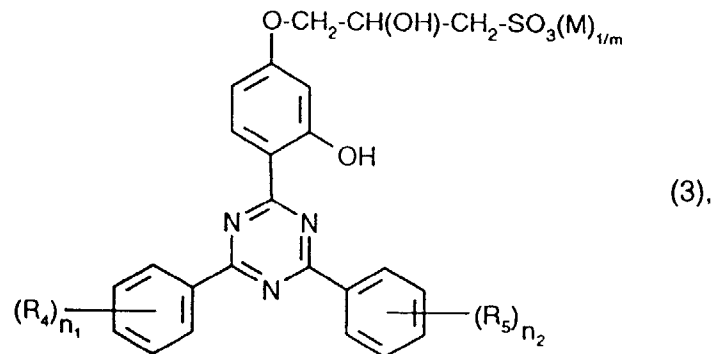
Man erhält mit der erfindungsgemässen Applikation Wollfasern mit guter thermischer und photochemischer Stabilität. Ausserdem wird die Abrieb- und Reissfestigkeit der Faser gegenüber photochemischen Einwirkungen verbessert.

Als Fasermaterial, das erfindungsgemäss behandelt werden kann, kommt Wolle in Betracht. Die Wolle kann normal oder filzfrei ausgerüstet sein. Neben den reinen Wollfasern kommen auch Fasermischungen aus Wolle und synthetischem Polyamid oder Wolle/Polyestergemische in Betracht, so z.B. Trikotmaterial aus Wolle/Polyamid im Mischungsverhältnis 70:30. Grundsätzlich kann das reine oder gemischte Fasermaterial in den verschiedensten Verarbeitungsformen vorliegen, wie z.B. als Faser, Garn, Gewebe, Gewirke, Vlies oder Flormaterial.

Die vorliegende Verwendung eignet sich besonders vorteilhaft zur Behandlung von Fasermaterial, das Licht und Hitze ausgesetzt wird und z.B. als Autopolsterstoff oder Teppich Verwendung findet. Die erfindungsgemäss verwendeten UV-Absorber können dabei in einem weiten pH-Bereich eingesetzt werden, wodurch sie auch für die Applikation bei Mischungen von Wolle mit anderen Fasern, z.B. Wolle und Polyamid, geeignet sind.

Patentansprüche

1. Verwendung von UV-Absorber der Formel



worin

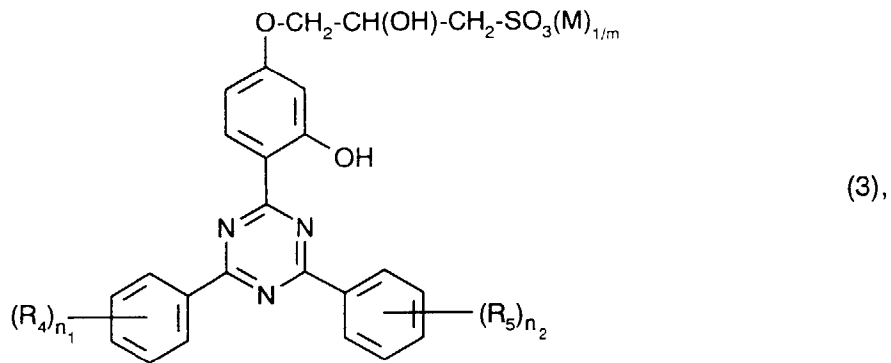
R₄ und R₅ unabhängig voneinander C₁-C₁₂-Alkyl, m 1 oder 2, M Wasserstoff, Natrium, Kalium, Calcium, Magne-

sium, Ammonium oder Tetraalkylammonium, und n_1 und n_2 1 oder 2, bedeuten, zum photochemischen Stabilisieren von ungefärbter Wolle oder ungefärbter Wolle enthaltenden Mischfasern wobei man die UV-Absorber aus einer wässrigen Lösung auf die Faser appliziert.

- 5 2. Verwendung gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man einen UV-Absorber der Formel (3) verwendet, worin M Wasserstoff, R_4 und R_5 Methyl, und n_1 und n_2 1 oder 2 bedeuten.
- 10 3. Verwendung gemäss Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die wässrige Lösung einen pH-Wert von 3 bis 8 aufweist.

Claims

- 15 1. Use of a UV absorber of formula



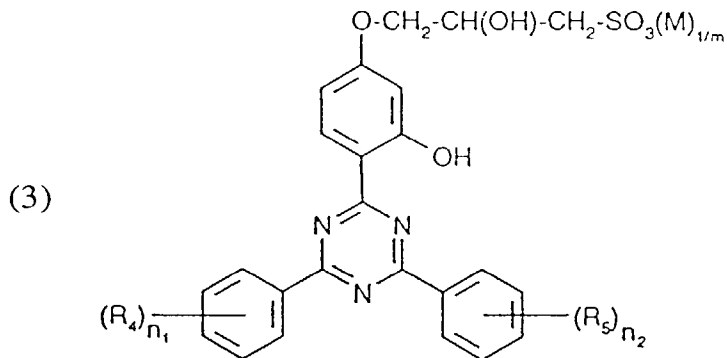
30 wherein

R_4 and R_5 are each independently of the other C_1 - C_{12} alkyl, m is 1 or 2, M is hydrogen, sodium, potassium, calcium, magnesium, ammonium or tetraalkyl ammonium, and n_1 and n_2 are 1 or 2, for the photochemical stabilisation of undyed wool or of fibre blends containing undyed wool, which comprises applying the UV absorber from an aqueous solution to the fibre.

- 35 2. Use according to claim 1, which comprises using a UV absorber of formula (3), wherein M is hydrogen, R_4 and R_5 are methyl, and n_1 and n_2 are 1 or 2.
- 40 3. Use according to either claim 1 or claim 2, wherein the aqueous solution has a pH of 3 to 8.

Revendications

- 45 1. Utilisation d'agents absorbant le rayonnement UV de formule



EP 0 475 905 B1

dans laquelle R_4 et R_5 représentent, indépendamment l'un de l'autre, un groupe alkyle en C_{1-12} , m vaut 1 ou 2, M représente un atome d'hydrogène, de sodium, de potassium, de calcium ou de magnésium, ou un ion ammonium ou tétraalkylammonium, et n_1 et n_2 valent 1 ou 2, pour la stabilisation photochimique de laine non teinte ou de tissus mixtes renfermant de la laine non teinte, l'agent absorbant le rayonnement UV étant appliqué sur la fibre à partir d'une solution aqueuse.

5

2. Utilisation conforme à la revendication 1, caractérisé en ce que l'on utilise un agent absorbant le rayonnement UV de formule (3) dans lequel M représente un atome d'hydrogène, R_4 et R_5 représentent chacun un groupe méthyle et n_1 et n_2 valent 1 ou 2.

10

3. Utilisation conforme à la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que la solution aqueuse présente un pH de 3 à 8.

15

20

25

30

35

40

45

50

55