



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 000 494

A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 78100355.3

(61) Int. Cl.²: C 07 H 13/04, D 06 P 1/642,
D 06 P 1/649, C 11 D 1/38,
C 07 C 103/46, C 07 C 103/84,
C 07 C 125/06

(22) Anmeldetag: 11.07.78

(30) Priorität: 19.07.77 DE 2732557

(71) Anmelder: Bayer Aktiengesellschaft
Zentralbereich Patente,
Marken und Lizenzen Bayerwerk
D-5090 Leverkusen 1. (DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
07.02.79 Bulletin 79/3

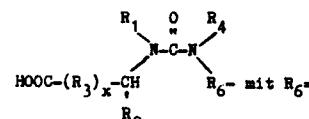
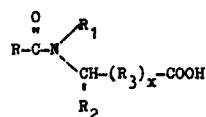
(72) Erfinder: Walz, Klaus, Dr.
Domblück 4
D-5090 Leverkusen 31. (DE)

(34) Benannte Vertragsstaaten:
CH DE FR GB

(72) Erfinder: Tamer, Ergun, Dipl.-Ing.
Zedernweg 37
D-5090 Leverkusen 31. (DE)

(54) Ester von aliphatischen Polyolen und Acylaminocarbonsäuren, Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung als Hilfsmittel beim Färben von Textilmaterialien.

(57) Oberflächenaktive Ester von mindestens 3 Hydroxylgruppen enthaltenden aliphatischen Polyolen und Acylaminocarbonsäuren, der Formel



zweiwertiger organischer Rest

steht.

R₂ für H, COOH, COO C₁-C₆-Alkyl oder C₁-C₆-Alkyl,

R₃ für C₁-C₆-Alkylen und

x für 0 oder 1 stehen, wobei mindestens einer der Reste R₁ bis R₅ mindestens 6 Kohlenstoffatome enthält, die Alkyl-, Alkenyl- und cyclischen Resten Substituenten tragen können und die Gesamtkohlenstoffzahl 20 - 60 beträgt, wenn R₁ durch den genannten Harnstoffrest substituiert ist, und für alle anderen Fälle 12 - 30 beträgt;

Verfahren zu ihrer Herstellung, und ihre Verwendung als Hilfsmittel beim Färben von Textilmaterialien.

A1

in der
R für H; für C₁-C₆-Alkyl, C₁-C₂₂-Alkoxy, C₃-C₂₂-Alkenoxy, Aryl, Aralkyl, Aroxy Aralkoxy oder für den Rest

494

R₁, R₄ und R₅ für H, C₁-C₂₂-Alkyl, C₃-C₂₂-Alkenyl, Cycloalkyl, Aryl oder Aralkyl stehen, oder R₅ für einen Rest

steht,

EP 0 000 494

BEZEICHNUNG GEÄNDERT
siehe Titelseite

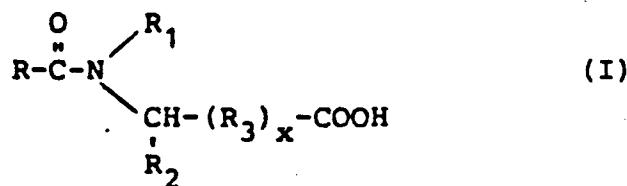
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT 5090 Leverkusen, Bayerwerk
 Zentralbereich Mi/kl
 Patente, Marken und Lizenzen

Ester von acylierten Aminocarbonsäuren

Gegenstand der Erfindung sind oberflächenaktive Ester von mindestens 3 Hydroxylgruppen enthaltenden aliphatischen Polyolen und aliphatischen, cycloaliphatischen oder araliphatischen Acylaminocarbonsäuren, die insgesamt

- 5 mindestens 8, vorzugsweise 12 - 60, Kohlenstoffatome enthalten und die durch aliphatische Carbonsäuren mit 1 - 4 Kohlenstoffatomen, aromatische oder araliphatische Carbonsäuren, aliphatische, aromatische oder araliphatische Sulfon-, Kohlen- oder Carbaminsäuren acyliert
- 10 sind, ein Verfahren zu ihrer Herstellung, sowie ihre Verwendung als Hilfsmittel beim Färben von Textilmaterialien.

Bevorzugte erfindungsgemäße Ester leiten sich von Carbonsäuren der Formel



ab, in der

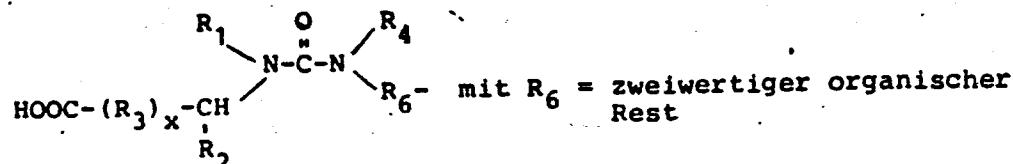
- 2 -

R für H, für C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₂₂-Alkoxy, C₃-C₂₂-Alkenoxy,
Aryl, Aralkyl, Aroxy Aralkoxy oder für den Rest R₄ steht,



R₁, R₄ und R₅ für H, C₁-C₂₂-Alkyl, C₃-C₂₂-Alkenyl, Cycloalkyl, Aryl oder Aralkyl stehen, oder R₅ für einen

5 Rest



steht.

R₂ für H, COOH, COO C₁-C₄-Alkyl oder C₁-C₆-Alkyl,

R₃ für C₁-C₁₀-Alkylen und

10 x für 0 oder 1 stehen, wobei mindestens einer der Reste R₁ bis R₅ mindestens 6 Kohlenstoffatome enthält, die Alkyl-, Alkenyl- und cyclischen Resten Substituenten tragen können und die Gesamtkohlenstoffzahl 20 - 60 beträgt, wenn R₅ durch den genannten Harnstoffrest substituiert ist, und für alle anderen Fälle 12 - 30 beträgt.

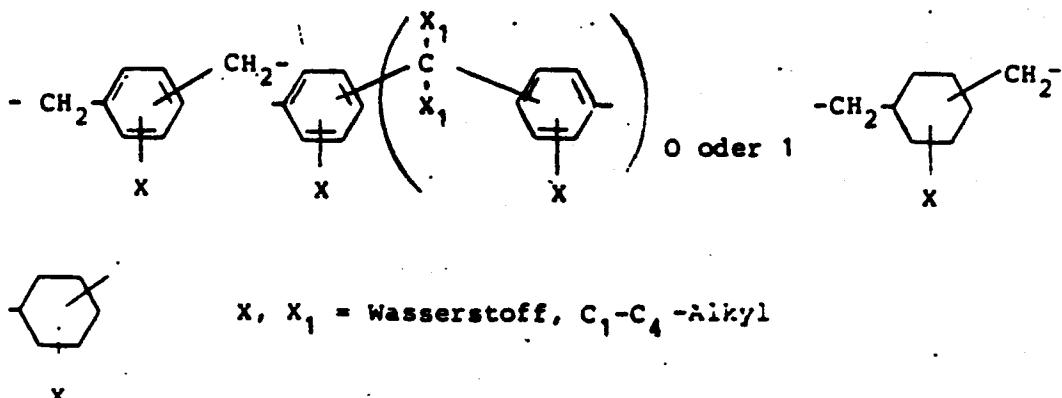
15 Insbesondere wird unter Aryl Phenyl und Naphthyl, unter Cycloalkyl Cyclohexyl, Tetrahydronaphthyl, Dekahydronaphthyl und Abietyl, und unter Aralkyl Benzyl, Phenyläethyl und Naphthylmethyl verstanden.

20 Diese Reste können weitere Substituenten tragen. Bevorzugt können die genannten Ringe 1 oder 2 Substituenten wie Halogen, insbesondere Chlor oder Brom, Cyan, Carboxyl, C₁-C₄-Alkoxy carbonyl, Carbamoyl, C₁-C₄-Alkoxy, C₁-C₄-Alkyl, Benzyl oder Phenyl tragen.

- 3 -

Die Alkyl- und Alkenylreste der Verbindungen (I) können substituiert sein durch 1 - 3 weitere Reste wie Halogen, z.B. Fluor, Chlor oder Brom, Cyan, Carboxyl, C₁-C₄-Alkoxy-carbonyl, Carbamoyl oder C₁-C₄-Alkoxy.

- 5 Der Rest R₆ steht vorzugsweise für C₂-C₈-Alkylen oder einen Rest der Formeln



- 10 Als mindestens 2 Hydroxylgruppen enthaltende aliphatische Polyole seien beispielsweise genannt: Glycerin, Erythrit, Erythrose, Pentosen oder Hexosen wie Arabinose, Xylose, Glucose, Fructose, Galactose oder Mannose, Pentite oder Hexite, wie Arabit, Xylit, Mannit, Sorbit oder Dulcitet, Di- oder Oligosaccharide, wie Maltose, Saccharose oder Hydrolysate von Polysacchariden, sowie Polysaccharide, wie Dextrin oder Stärke. Weitere geeignete Polyole sind beispielsweise synthetische Zuckerverbindungen vom Typ der Formosen, Polyvinylalkohole, sowie Derivate der obengenannten Polyole, wie Alkyl- oder Hydroxyalkylglycoside, Hydroxyalkyläther oder partielle Ester oder Äther von Polyhydroxylverbindungen.
- 15
- 20

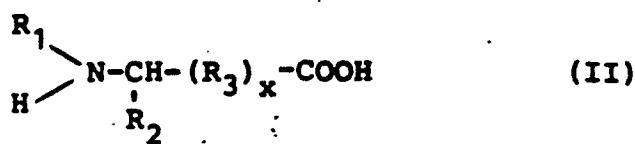
Die oberflächenaktiven Ester können in an sich bekannter Weise nach zwei verschiedenen Verfahren hergestellt werden.

Verfahren A:

Bei diesem Verfahren wird die acylierte Aminocarbonsäure oder ein Derivat einer solchen Säure, gegebenenfalls in Gegenwart von sauren oder basischen Katalysatoren, mit 5 einem aliphatischen Polyol umgesetzt. Als Derivate der Carbonsäuren werden vorzugsweise Chloride oder niedrige Alkylester, insbesondere Methyl- und Äthylester eingesetzt. Bevorzugt werden die Methyl- oder Äthylester der Carbonsäuren (I) eingesetzt. Die Carbonsäuren (I) bzw. 10 ihre Derivate lassen sich nach bekannten Verfahren, z.B. durch Acylierung von Aminosäuren oder Aminosäureestern mit üblichen Acylierungsmitteln, wie Isocyanaten, Carbonsäureanhydriden oder -halogeniden, oder Chlorameisensäureestern herstellen.

15 Verfahren B:

Bei diesem Verfahren werden Ester aus Aminocarbonsäuren, die am Stickstoff noch mindestens ein Wasserstoffatom enthalten, und mindestens 3 Hydroxylgruppen enthaltenden aliphatischen Polyolen mit Acylierungsmitteln umgesetzt, wobei die Summe der Kohlenstoffatome im Aminocarbonsäurerest und im Acylrest des Acylierungsmittels mindestens 8, vorzugsweise 10 - 22, betragen soll. Bevorzugt werden Ester von Aminocarbonsäuren der Formel



- 5 -

umgesetzt, wobei R_1 , R_2 , R_3 und x die in Formel (I) genannte Bedeutung besitzen.

Die Acylierung kann mit üblichen Acylierungsmitteln, wie Carbonsäureestern, -anhydriden oder -halogeniden, Chlor-

- 5 ameisensäureestern, Sulfonsäurechloriden, oder vorzugsweise mit organischen Mono- oder Diisocyanaten gegebenenfalls in Gegenwart von Katalysatoren oder molaren Mengen an Säureakzeptoren durchgeführt werden.

Die Verfahrensbedingungen der beiden Herstellungsverfah-

- 10 ren A und B können in weiten Grenzen variieren. Durch die Wahl des Molverhältnisses zwischen Aminocarbonsäure oder Acylaminocarbonsäure und aliphatischem Polyol lassen sich die Eigenschaften der hergestellten Ester variieren.

- 15 Im allgemeinen werden pro Äquivalent Carboxylgruppe 0,5 - 2,0, vorzugsweise 0,8 - 1,2 Mol aliphatisches Polyol eingesetzt.

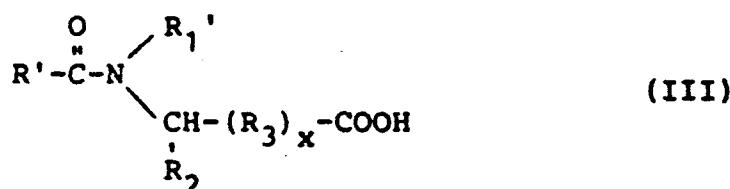
Die Reaktion gemäß Verfahren A kann mit oder ohne Zusatz von Lösungsmitteln bei Temperaturen von 20 - 180°C, vor-

- 20 zugsweise bei 70 - 140°C durchgeführt werden. Im Falle der bevorzugt eingesetzten niedrigen Alkylester der Amino- oder Acylaminocarbonsäuren können übliche Lösungsmittel wie Xylol, Dimethylformamid, Dimethylsulfoxid, N-Methyl-pyrrolidin oder Dimethylacetamid verwendet werden. Es empfiehlt sich dabei, saure oder insbesondere basische Kata-

- 6 -

lysatoren in Mengen von 0,5 - 20 % (bezogen auf Carbonsäure) dem Reaktionsgemisch zuzugeben. Geeignete saure Katalysatoren sind beispielsweise Chlorwasserstoff, Schwefelsäure, Toluolsulfonsäure oder saure Ionenaustauscher. Als basische Katalysatoren können Alkali- oder Erdalkalihydroxide, -carbonate oder -alkoholate, sowie organische Basen verwendet werden. Die Acylierungsreaktion gemäß Verfahren B wird bei 0 bis 120°C, vorzugsweise bei 20 bis 90°C, gegebenenfalls in Lösungsmitteln, wie niederen Alkoholen, Glykolen, Ketonen, aromatischen Kohlenwasserstoffen, Carbonsäureestern oder -amiden durchgeführt.

Von den Säuren der Formel (I) sind die Säuren der Formel



bevorzugt,

15 in der

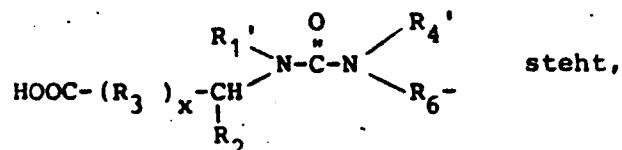
R' für Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₂₂-Alkoxy, C₃-C₂₂-Alkenyloxy, Phenyl, Naphthyl, Benzyl, Phenyläthyl, Naphthylmethyl, Phenoxy, Benzyloxy, Phenyläthyloxy oder für einen Rest



- 7 -

R_1' , R_4' und R_5' für Wasserstoff, C₁-C₂₂-Alkyl, C₃-C₂₂-Alkenyl, Cyclohexyl, Tetrahydronaphthyl, Dekahydronaphthyl, Abietyl, Phenyl, Naphthyl, Benzyl oder Phenyläthyl stehen oder

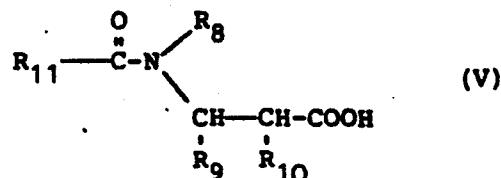
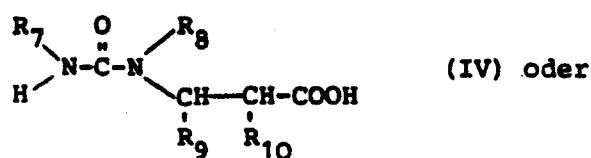
5 R_5 für einen Rest der Formel.



in der

R_2 , R_3 , R_6 und x die vorstehend genannte Bedeutung haben, mindestens einer der Reste R_1' , R_2 , R_3 , R_4' und R_5' mindestens 6 Kohlenstoffatome enthält, und die Alkyl-, Alkenyl- und die cyclischen Reste durch Fluor, Chlor, Brom, Cyan, Carboxyl, C_1 - C_4 -Alkoxycarbonyl, Carbamoyl oder C_1 - C_4 -Alkoxy substituiert sein können und die cyclischen Reste außerdem durch C_1 - C_4 -Alkyl.

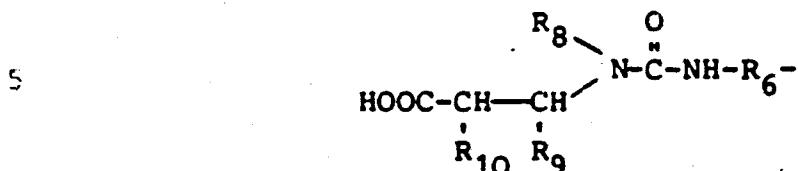
15 Bevorzugte erfindungsgemäße Ester werden hergestellt, indem nach Verfahren A niedrige Alkylester, insbesondere Methylester, von Acylaminocarbonsäuren der Formel



worin

- 8 -

R₇ für C₁-C₂₂-Alkyl, C₃-C₂₂-Alkenyl, Cyclohexyl, Tetrahydronaphthyl, Dekahydronaphthyl, Abietyl, Phenyl, Naphthyl, Benzyl, Phenyläthyl oder einen Rest der Formel



wobei

R₆ die in Formel (I) angegebene Bedeutung hat,

10 R₈ für Wasserstoff, C₁-C₂₂-Alkyl, C₃-C₂₂-Alkenyl, Cyclohexyl, Tetrahydronaphthyl, Dekahydronaphthyl, Abietyl, Benzyl oder Phenyläthyl,

R₉ für Wasserstoff oder Carboxyl und

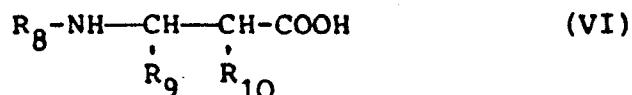
15 R₁₀ und R₁₁ für Wasserstoff oder Methyl stehen, mindestens einer der Reste R₇ oder R₈ mindestens 8 Kohlenstoffatome besitzt, und die Alkyl-, Alkenyl- und cyclischen Reste die in Formel (III) genannten Substituenten tragen können,

mit mindestens 6 Kohlenstoffatome enthaltenden aliphatischen Polycolen umsetzt.

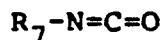
20 Bevorzugt werden dabei Sorbit, Glucose, Alkyl- oder Hydroxyalkylglycoside, Trehalose, Raffinose, Saccharose oder deren Mischungen und insbesondere Saccharose verwendet.

- 9 -

Die bevorzugten Ester lassen sich auch nach Verfahren B herstellen, indem Ester aus Aminocarbonsäuren der Formel



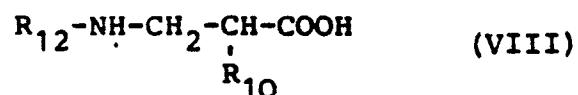
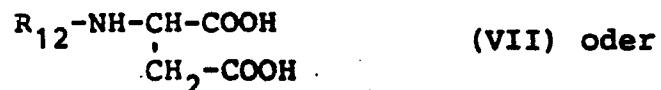
und mindestens 6 Kohlenstoffatome enthaltenden aliphatischen Polyolen mit Isocyanaten der Formel



wobei $R_7 - R_{10}$ die obengenannte Bedeutung haben,

oder mit Ameisensäuremethylester, Acetylchlorid oder Essigsäureanhydrid umgesetzt werden. Als Isocyanate seien 10 beispielsweise genannt: Methyl-, Äthyl-, Propyl-, Butyl-, Hexyl-, 6-Chlorhexyl-, Octyl-, Decyl-, Dodecyl-, Hexadecyl-, Octadecyl-, Cyclohexyl-, Phenyl-, Naphthyl-, Allylisocyanat, sowie Butylen-, Hexamethylen-, Phenylene-, Toluylene-, Hexahydrophenylen-diisocyanat.

15 Als Aminocarbonsäureester werden vorzugsweise solche Ester verwendet, denen als Aminocarbonsäuren solche der Formel



- 10 -

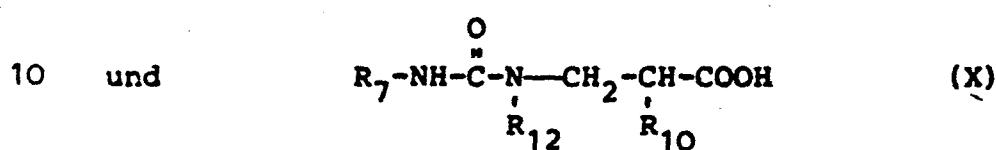
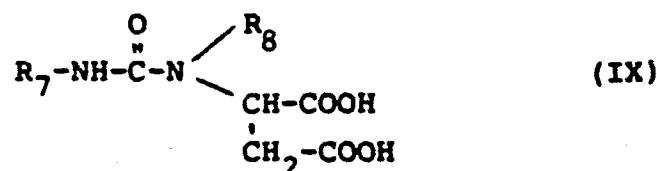
wobei

R_{10} die obengenannte Bedeutung hat und

R_{12} für C_1-C_{22} -Alkyl oder C_3-C_{22} -Alkenyl steht.

und als aliphatische Polyole Sorbit, Glucose, Alkyl- oder Hydroxyalkylglycoside, Trehalose, Raffinose oder insbesondere Saccharose zu grunde liegen.

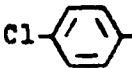
Besonders bevorzugte erfindungsgemäße Ester sind Ester aus Acylaminocarbonsäuren der Formeln



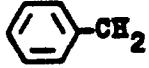
und Saccharose, wobei R_7 , R_8 , R_{10} und R_{12} die obengenannte Bedeutung besitzen.

Als Carbonsäuren der Formel (I) eignen sich beispielsweise:

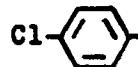
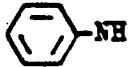
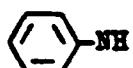
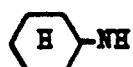
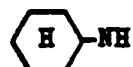
- 11 -

| R | R ₁ | R ₂ | R ₃ | X |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|----------------|----------------------------------|---|
| H | C ₁₂ H ₂₅ | H | CH ₂ | 1 |
| CH ₃ | C ₁₂ H ₂₅ | H | CH ₂ | 1 |
| CH ₃ | C ₁₂ H ₂₅ | H | CH CH ₃ | 1 |
| CH ₃ | C ₁₆ H ₃₃ | H | CH ₂ | 1 |
| CH ₃ | C ₁₆ H ₃₃ | COOH | CH ₂ | 1 |
|  | C ₁₂ H ₂₅ | COOH | CH ₂ | 1 |
|  | C ₁₀ H ₂₁ | H | CH CH ₃ | 1 |
| CH ₃ -O | C ₁₄ H ₂₉ | H | CH ₂ | 1 |
| C ₄ H ₉ O | C ₁₂ H ₂₅ | H | - | C |
| C ₁₀ H ₂₁ -O |  | COOH | CH ₂ | 1 |
| C ₁₈ H ₃₅ -O | CH ₃ | COOH | CH ₂ | 1 |
| ClCH ₂ CH ₂ O | C ₁₈ H ₃₇ | COOH | CH ₂ | 1 |
| CH ₃ -O | Abietyl | H | CH(CH ₃) | 1 |
|  -CH ₂ O | C ₁₂ H ₂₅ | COOH | CH ₂ -CH ₂ | 1 |

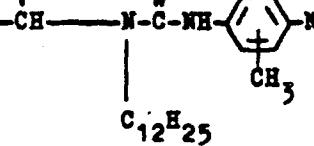
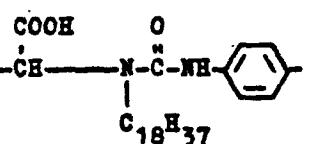
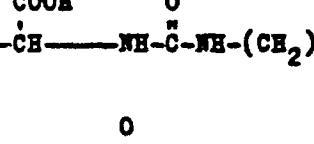
- 12 -

| R ₁ | R ₂ | R ₃ | X |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------|-----------------------------------|
| CH ₃ -NH | C ₁₂ H ₂₅ | COOH | CH ₂ |
| CH ₃ -NH | C ₁₆ H ₃₃ | H | CH ₂ |
| CH ₃ -NH | C ₁₈ H ₃₇ | H | CH(CH ₃) ₃ |
| CH ₃ -NH | Abietyl | COOH | CH ₂ |
| CH ₃ -NH | C ₁₂ H ₂₅ | n-C ₆ H ₁₃ | - |
| n-C ₈ H ₁₉ -NH | C ₁₂ H ₂₅ | COOH | CH ₂ |
| n-C ₄ H ₉ -NH | C ₁₄ H ₂₉ | COOH | CH ₂ |
| iso-C ₄ H ₉ -NH | C ₁₆ H ₃₅ | COOH | CH ₂ |
| iso-C ₄ H ₉ -NH | C ₁₈ H ₃₇ | H | (CH ₂) ₃ |
| Cl-(CH ₂) ₆ -NH | C ₁₀ H ₂₁ | COOH | CH ₂ |
| Cl-(CH ₂) ₆ -NH | Abietyl | COOH | CH ₂ |
| O HOOC-CH ₂ CH ₂ -N-C-NH(CH ₂) ₆ -NH C ₁₂ H ₂₅ | C ₁₂ H ₂₅ | H | CH ₂ |
| C ₁₂ H ₂₅ -NH | CH ₃ | COOH | CH ₂ |
| C ₁₂ H ₂₅ -NH | CH ₂ =CH-CH ₂ | COOH | CH ₂ |
| C ₁₂ H ₂₅ -NH |  | H | CH ₂ |
| C ₁₂ H ₂₅ -NH |  | COOH | CH ₂ |
| C ₁₂ H ₂₅ -NH | H | H | (CH ₂) ₄ |
| C ₁₂ H ₂₅ -NH | C ₁₂ H ₂₅ | COOH | CH ₂ |
| C ₁₄ H ₂₉ -NH | CH ₃ | COOH | CH ₂ |

- 13 -

| <u>R</u> | <u>R₁</u> | <u>R₂</u> | <u>R₃</u> | <u>x</u> |
|-------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|----------------------|---------------------------------|----------|
| C ₁₄ H ₂₉ NH |  | H | CH ₂ | 1 |
| C ₁₄ H ₂₉ NH |  | H | - | 0 |
| C ₁₆ H ₃₃ NH |  | COOH | CH ₂ | 1 |
| C ₁₈ H ₃₇ NH | C ₄ H ₉ | COOH | CH ₂ | 1 |
| C ₁₈ H ₃₇ -NH | CH ₃ | COOCH ₃ | CH ₂ | 1 |
|  | C ₈ H ₁₇ | COOH | CH ₂ | 1 |
|  | H | H | (CH ₂) ₉ | 1 |
|  | C ₁₂ H ₂₅ | H | CH(CH ₃) | 1 |
|  | C ₁₂ H ₂₅ | COOH | CH ₂ | 1 |
|  | C ₁₆ H ₃₃ | COOH | CH ₂ | 1 |
|  | C ₁₈ H ₃₇ | COOH | CH ₂ | 1 |
|  | C ₁₈ H ₃₇ | H | - | 0 |
| Abietyl-NH | CH ₃ | COOH | CH ₂ | 1 |

- 14 -

| R | R ₁ | R ₂ | R ₃ | x |
|-------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|
|  | C ₁₂ H ₂₅ | | COOH | CH ₂ |
|  | C ₁₈ H ₃₇ | | COOH | CH ₂ |
|  | C ₁₈ H ₃₇ | COOH | CH ₂ | 1 |
|  | C ₁₂ H ₂₅ | CH ₃ | - | 0 |

10 Die neuen Verbindungen sind biologisch voll abbaubare oberflächenaktive Verbindungen, deren Eigenschaften durch Wahl der Ausgangsmaterialien und der Mengenverhältnisse in weiten Grenzen variiert werden können. Die Verbindungen sind daher für die unterschiedlichsten Anwendungsbereiche einsetzbar, beispielsweise als Wasch-, Reinigungs- oder Netzmittel, als Emulgier-, Dispergier- oder Verdickungsmittel, sowie z.B. Färberei- und Druckereihilfsmittel.

In bevorzugter Weise eignen sich die neuen Verbindungen zum kontinuierlichen Färben bzw. Bedrucken von Fasermaterialien mit für derartige Fasern gebräuchlichen Farbstoffen. Das Ver-



fahren besteht darin, daß man die Fasermaterialien mit einer wässrigen Flotte imprägniert bzw. bedruckt, die die Farbstoffe und die erfindungsgemäßen Verbindungen enthält, und anschließend einer thermischen Nachbehandlung.

5 unterwirft.

Die erforderlichen Mengen an den erfindungsgemäßen Produkten lassen sich durch Vorversuche leicht ermitteln; im allgemeinen erweisen sich die Mengen von etwa 5 - 20 g pro Liter Foulardierflotten als ausreichend.

- 10 Als Farbstoffe kommen für das erfindungsgemäße Verfahren alle Farbstoffe in Betracht, die üblicherweise für das Färben und Bedrucken von Textilmaterialien verwendet werden, z.B. Säurefarbstoffe, Reaktivfarbstoffe, Nachchromierungsfarbstoffe, 1:1- sowie 1:2-Metallkomplexfarbstoffe, kationische Farbstoffe, Substantivfarbstoffe und Dispersionsfarbstoffe.
15 Beispielsweise sind folgende Farbstoffe des Colour Index, 3. Edition, Vol 5, geeignet:

Als saure Farbstoffe:

- 20 C.I. Acid Yellow 79
 C.I. Acid Red 80
 C.I. Acid Green 44
 C.I. Acid Red 111

Als Nachchromierungsfarbstoffe:

- 25 C.I. Mordant Yellow 5
 C.I. Mordant Black 65

- 16 -

C.I. Mordant Brown 21

Als 1:1-Metallkomplexfarbstoffe:

C.I. Acid Yellow 54

C.I. Acid Red 214

5 Als 1:2-Metallkomplexfarbstoffe:

C.I. Acid Blue 199

C.I. Acid Red 277

C.I. Acid Brown 253

C.I. Acid Blue 151

10 C.I. Acid Green 86

Als Reaktivfarbstoffe:

C.I. Reactive Blue 94

C.I. Reactive Red 100

C.I. Reaktive Yellow 69

15 Als kationische Farbstoffe:

C.I. Basic Yellow 11

C.I. Basic Blue 3

C.I. Basic Red 18

Als Substantivfarbstoffe:

20 C.I. Direct Orange 46

C.I. Direct Blue 84

- 17 -

Als Dispersionsfarbstoffe:

- C.I. Disperse Yellow 5
- C.I. Disperse Yellow 60
- C.I. Disperse Blue 56
- 5 C.I. Disperse Blue 73

Das Färben und Bedrucken kann z.B. auf folgende Weise vorgenommen werden:

- Die Farbstoffe werden unter kräftigem Rühren, gegebenenfalls unter Erwärmen auf etwa 70 - 80°C, im Wasser verteilt; dann werden die erfindungsgemäß zu verwendenden
- 10 Verbindungen zugesetzt und die erhaltene Mischung gegebenenfalls mit niederen aliphatischen Carbonsäuren, wie Essigsäure, Ameisensäure oder Oxalsäure, angesäuert oder mit in der Hitze Säure abspaltenden Verbindungen, wie Ammoniumsulfat oder Ammoniumacetat, versetzt. Mit dieser
- 15 Flotte werden die Fasermaterialien z.B. auf einem Foulard imprägniert und anschließend einer thermischen Nachbehandlung unterworfen. Diese kann insbesondere bei Wolle und Polyacrylnitrilfasern in einer Behandlung bei etwa 100 - 110°C bestehen oder insbesondere bei synthetischen
- 20 Polyamidfasern und Polyesterfasern in einer Trockenhitzebehandlung bei Temperaturen von 120 bis 220°C. Nach der thermischen Behandlung wird das Fasermaterial gewaschen, gespült und getrocknet.
- Die Färbungen und Drucke lassen sich durch Mitverwendung von Harnstoff, Thioharnstoff oder organischen Lösungsmitteln, die ein gutes Lösevermögen für den jeweils benutzten Farbstoff besitzen, in vielen Fällen noch verbessern; genannt seien in diesem Zusammenhang z.B. Buta-

nol, Hexanol, 2-Äthylhexanol, Cyclohexanol, Benzylalkohol, Diäthylenglykol, Triäthylenglykol, Thiodiäthylen-glykol, der Monoäthyläther und Monobutyläther des Äthylenglykols oder des Diäthylenglykols.

- 5 Eine Verbesserung der Färbung oder des Druckes läßt sich in vielen Fällen auch durch eine Mitverwendung von Alkylsulfonamiden und/oder anionaktiven Verbindungen erzielen, z.B. Alkylsulfate, Alkylarylsulfonate, Fettsäuresalze oder vorzugsweise Alkylsulfonate, die
10 als Natrium-, Kalium-, Ammonium- oder auch als Mono-, Di- oder Triäthanolaminsalze eingesetzt werden können.

Es empfiehlt sich ferner, zur Verbesserung der Gleichmäßigkeit der Färbung ein säurebeständiges Verdickungsmittel zu den Foulardierflotten zuzusetzen, beispielsweise ein Johannibrotkornmehlderivat.
15

Mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens gelingt es, Textilmaterialien, beispielsweise Flocken, Spinnkabel, Kammzüge, Gewebe, Gewirke oder Vliesen z.B. aus natürlichen und synthetischen Polyamiden, Polyester, Polyacrylnitril, sowie Cellulosefasern, sowie deren Mischungen untereinander zu färben oder zu bedrucken.
20

Ein besonderer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß seine Anwendung universell ist, d.h. alle färbbaren Fasermaterialien nach dem Verfahren ge-
25 färbt werden können.

- 19 -

Die neuen Verbindungen ermöglichen eine ausgezeichnete Fixierung der Farbstoffe. Die erhaltenen Färbungen zeichnen sich durch gute Naß-, Schweiß- und Reibechtheiten aus.

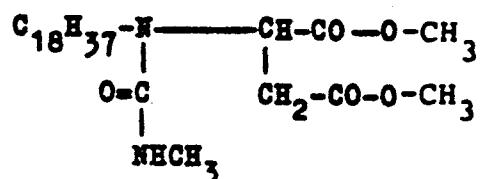
- 5 Das Auftreten eines Grauschleiers wird durch die neuen Verbindungen verhindert.

Die in den nachfolgenden Beispielen angegebenen Teile sind Gewichtsteile.

- 20 -

Beispiel 1

Aus einer Lösung von 136,8 Teilen Saccharose in 600 Teilen Dimethylformamid werden bei 90 - 100°C im Vakuum 50 ml Dimethylformamid innerhalb von 1 - 2 Stunden über eine Kolonne abdestilliert. Anschließend werden 4 Teile Kaliumcarbonat und 94 Teile eines Asparaginsäuredimethylesters 5 der Formel

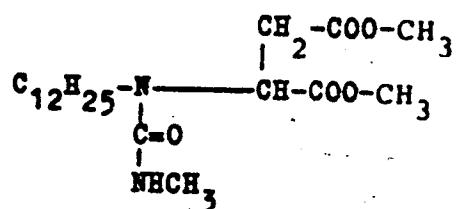


der durch Umsetzung von N-Octadecylasparaginsäure-dimethylester mit Methylisocyanat hergestellt wurde, zugesetzt. Aus der Reaktionsmischung werden dann unter Röhren innerhalb von 6 Stunden bei 90 - 100°C und ca. 10 110 Torr etwa 100 Teile einer Mischung aus Methanol und Dimethylformamid abdestilliert. Der Kolbenrückstand wird bei 100°C und einem Vakuum bis 2 Torr von Dimethylformamid befreit. Es werden 237 Teile eines braunen Harzes erhalten, das in der Kälte zu einem spöden, pulverisierbaren Harz erstarrt. Das Produkt ist klar wasserlöslich, schmilzt bei 150 - 160°C, besitzt eine OH-Zahl von 610, 15 eine Verseifungszahl von 72 und erniedrigt die Oberfläche 20 chenspannung des Wassers in 0,1 giger Lösung auf 46 dyn/cm.

- 21 -

Beispiel 2

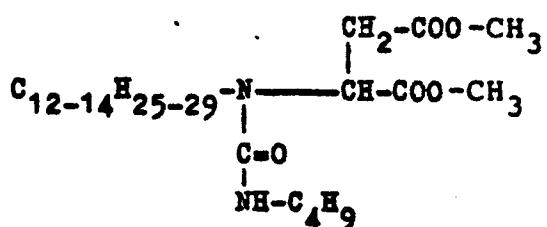
Unter den in Beispiel 1 angegebenen Bedingungen wird
 eine Lösung von 136,8 Teilen Saccharose in 600 Teilen
 Dimethylformamid in Gegenwart von 2 Teilen Kaliumcarbo-
 nat mit 77,2 Teilen eines Asparaginsäureesters der For-
 5 mel



umgesetzt, der durch Umsetzung von N-Dodecylasparagin-
 säuredimethylester mit Methylisocyanat hergestellt wur-
 10 de. Nach dem Abdestillieren des Dimethylformamids werden
 200 Teile eines bei Raumtemperatur spröden, pulverisier-
 baren Harzes erhalten. Das klar wasserlösliche Produkt
 besitzt eine OH-Zahl von 650, eine Verseifungszahl von
 78 und erniedrigt die Oberflächenspannung des Wassers
 15 in 0,1 %iger Lösung auf 35 dyn/cm.

Beispiel 3

Unter den in Beispiel 1 angegebenen Bedingungen wird eine
 Lösung von 171 Teilen Saccharose in 650 Teilen Dimethyl-
 formamid in Gegenwart von 4 Teilen Kaliumcarbonat mit
 20 108,8 Teilen eines Asparaginsäureesters der Formel



- 22 -

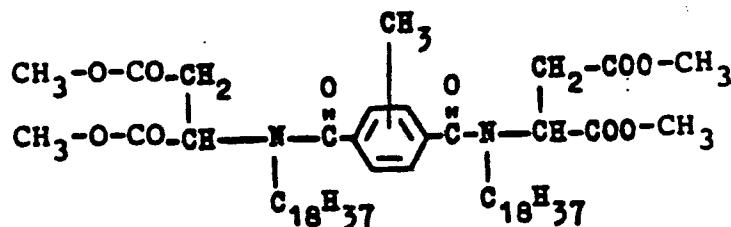
umgesetzt, der durch Umsetzung von N-Kokosfettalkylasparaginsäure-dimethylester mit n-Butylisocyanat hergestellt wurde. Nach Abdestillieren des Dimethylformamids werden 278 Teile eines klar wasserlöslichen, harzartigen Produktes erhalten.

5 ten.

Das Produkt besitzt eine OH-Zahl von 540, eine Verseifungszahl von 60 und erniedrigt die Oberflächenspannung des Wassers in 0,1 %iger Lösung auf 33 dyn/cm.

Beispiel 4

- 10 In der in Beispiel 1 beschriebenen Weise werden 136,8 Teile Saccharose und 2 Teile Kaliumcarbonat in 600 Teilen Dimethylformamid mit 100 Teilen eines Asparaginsäureesters der Formel



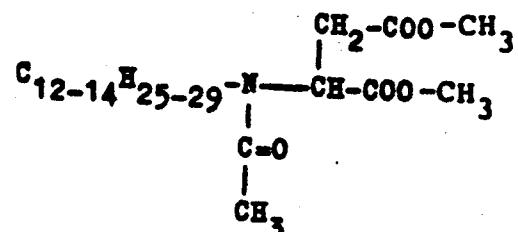
- 23 -

umgesetzt, der durch Umsetzung von 207 Teilen N-Octadecyl-asparaginsäure-dimethylester mit 30 Teilen Toluylendi-isocyanat erhalten wurde. Nach dem Entfernen des Dimethylformamids im Vakuum werden 220 Teile eines wasserlöslichen, spröden, pulverisierbaren Harzes erhalten.

Das Produkt besitzt eine OH-Zahl von 684 und eine Verseifungszahl von 98,5, und erniedrigt die Oberflächenspannung des Wassers in 0,1 Liter Lösung auf 52 dyn/cm.

Beispiel 5

- 10 In der in Beispiel 1 beschriebenen Weise werden 232 Teile Saccharose und 2 Teile Kaliumcarbonat in 630 Teilen Dimethylformamid mit 152 Teilen eines Asparaginsäureesters der Formel



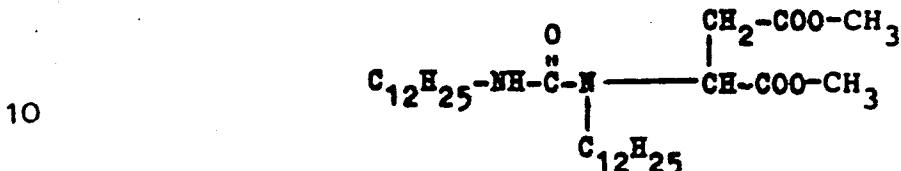
- 15 umgesetzt, der durch Umsetzung von 168 Teilen N-Kokos-alkyl-asparaginsäuredimethylester mit 66 Teilen Essigsäureanhydrid hergestellt wurde. Nach dem Entfernen des Dimethylformamids im Vakuum werden 350 Teile eines harzartig erstarrenden, klar wasserlöslichen Produktes erhalten.

- 24 -

Es schmilzt bei 30 - 84°C, besitzt eine OH-Zahl von 675, eine Verseifungszahl von 151 und setzt die Oberflächenspannung des Wassers in 0,1 %iger Lösung auf 30,5 dyn/cm herab.

5. Beispiel 6

In der in Beispiel 1 beschriebenen Weise werden 137 Teile Saccharose und 2 Teile Kaliumcarbonat in 450 Teilen Dimethylformamid mit 110 Teilen eines Umsetzungsproduktes der Formel



aus 255 Teilen N-Dodecyl-asparaginsäuredimethylester und 152 Teilen n-Dodecyl-isocyanat umgesetzt. Nach dem Entfernen des Lösungsmittels im Vakuum werden 229 Teile eines in Wasser leicht löslichen, harzartigen, pulverisierbaren 15 Produktes erhalten. Es schmilzt bei 140 - 145°C und besitzt eine Verseifungszahl von 65 und eine Hydroxylzahl von 660.

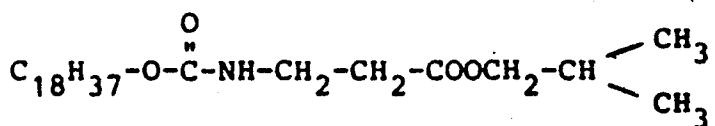
Beispiel 7

In der in Beispiel 1 angegebenen Weise werden 146 Teile Sorbit und 4 g Kaliumcarbonat in 550 Teilen Dimethylformamid mit 150 Teilen eines Umsetzungsproduktes aus 1 Mol

N-Kokosalkylasparaginsäure-dimethylester und 1 Mol Methylisocyanat umgesetzt. Nach dem Abdestillieren des Dimethylformamids werden 286 Teile eines klar wasserlöslichen Harzes erhalten, das zu einer klebrigen Masse erstarrt. Das Produkt besitzt eine Verseifungszahl von 85 und eine Hydroxylzahl von 826.

Beispiel 8

In der in Beispiel 1 angegebenen Weise werden 103 Teile Saccharose und 2 Teile Natriummethylat in 500 Teilen Dimethylformamid mit 110 Teilen der Verbindung der Formel



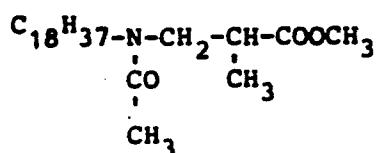
die durch Umsetzung von 3-Isocyanatopropionsäure-isobutylester mit Octadecylalkohol hergestellt wurde, umgesetzt.

An Stelle des Methanol-Dimethylformamid-Gemisches wird eine Mischung aus Isobutanol und Dimethylformamid im Vakuum destilliert. Nach dem Entfernen des Lösungsmittels werden 195 Teile eines hellbraunen, pulverisierbaren Harzes erhalten. Das Produkt ist in warmem Wasser löslich und setzt die Oberflächenspannung des Wassers in 0,1%iger Lösung auf 55 dyn/cm herab. Die Verseifungszahl beträgt 54, die Hydroxylzahl 630.

Beispiel 9

In der in Beispiel 1 angegebenen Weise werden 103 Teile Saccharose und 4 Teile Kaliumcarbonat in 500 Teilen Dimethylformamid mit 103 Teilen der Verbindung der Formel

- 26 -



die durch Umsetzung von 3-Octadecylamino-isobuttersäure mit
Essigsäureanhydrid erhalten wurde, umgesetzt. Nach dem Ent-
fernen des Lösungsmittels im Vakuum werden 198 Teile eines
wasserlöslichen, braunen Harzes erhalten. Das Produkt setzt
die Oberflächenspannung des Wassers in 0,1%iger Lösung auf 39,3
dyn/cm herab. Es besitzt eine Hydroxylzahl von 552.
und eine Verseifungszahl von 55.

Beispiel 10

- 10 20 Teile des Farbstoffes C.I. Nr. 61590 (3. Auflage, Band 4) werden in 600 Teilen weichem Wasser von ca. 80°C gelöst; anschließend werden 8 Teile der Verbindung des Beispiels 5 und 2 Teile Natriumlaurylsulfonat unter Rühren hinzugefügt. Die Lösung wird unter ständigem Rühren zu 200 Teilen einer 4 tigen wäßrigen Zubereitung eines handelsüblichen Johannisbrotkernmehlderivates hinzugegeben. Hierauf wird die homogene Lösung mit 20 Teilen Essigsäure (60 %) versetzt. Abschließend wird die Farbstoffzubereitung mit kaltem, weichem Wasser auf 1000 Teile aufgefüllt.

15

20 Ein Wollkammzug wird mit dieser Farbflotte auf einem Foulard imprägniert; dabei beträgt die Flottenaufnahme etwa 100 %. Anschließend wird er in einem Dämpfer mit Sattdampf bei $102 - 103^{\circ}\text{C}$ während 15 Min. kontinuierlich gedämpft. Danach wird der Kammzug auf einer Lisseuse mit warmem Wasser von etwa 50°C gewaschen und mit Essig- bzw. Ameisenäsre abgesäuert.

25

Man erhält eine ausgezeichnete Grünfärbung, die sehr
gute Schweiß-, Wasch- und Wasserechtheit besitzt und keinen
Grauschleier aufweist.

Beispiel 11

15 Teile des Farbstoffes C.I. 18170 (3. Auflage, Band 4) werden mit 600 Teilen heißem, weichem Wasser von 80°C übergossen; anschließend werden 10 Teile der Verbindung 5 des Beispiels 3 hinzugefügt. Die Lösung wird unter kräftigem Rühren zu 200 Teilen einer 4%igen wässrigen Zubereitung eines handelsüblichen Johannisbrotkernmehlderivates hinzugegeben. Die Lösung wird danach auf etwa 50°C abgekühlt und mit einem Gemisch aus 20 Teilen Chromfluorid, 10 30 Teilen Ameisensäure (85 %) und 100 Teilen heißem Wasser versetzt. Abschließend wird die Farbstoffzubereitung mit kaltem, weichem Wasser auf 1000 Teile aufgefüllt.

Mit der auf diese Weise erhaltenen Farbflotte wird ein Wollkammzug getränkt und zwischen zwei Foulardwalzen 15 abgequetscht, wobei die Gewichtszunahme ca. 100 % beträgt, und anschließend 40 Min. in einem Dämpfer mit Sattdampf bei 102 - 103°C kontinuierlich gedämpft. Danach wird die Färbung mit warmem Wasser von 50°C abermals gespült. Man erhält eine ausgezeichnete Graufärbung mit sehr guter 20 Schweiß-, Walk-, Wasch- und Heißwasserechtheit.

Beispiel 12

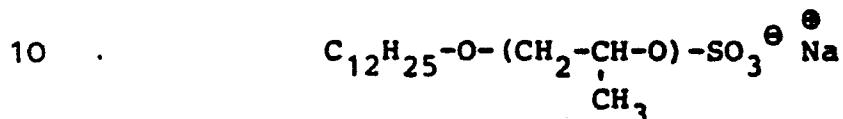
Man verfährt wie im Beispiel 11 angegeben, jedoch mit dem Unterschied, daß man anstelle der dort angeführten Verbindung 10 Teile der Verbindung des Beispiels 7 ein- 25 setzt.

- 38 -

Auch hierdurch erhält man eine Graufärbung, die keinen Grauschleier hat.

Beispiel 13

- 10 Teile des 1:2-Chromkomplexes des Farbstoffes 2-Amino-
 5 phenol-4-äthylsulfon → 1-Methylsulfonylamino-7-oxynaph-
 thalin werden in 600 Teilen heißem, weichem Wasser von
 80°C gelöst; anschließend wird ein Gemisch aus 8 Teilen
 der Verbindung des Beispiels 2 und 2 Teilen der Verbindung
 folgender Formel



und 2 Teilen Diäthylenglykolmonobutyläther hinzugegeben.

Die Lösung wird unter ständigem Rühren zu 200 Teilen einer 4 %igen wässrigen Zubereitung eines handelsüblichen

- 15 Johannisbrotkernmehlderivates hinzugefügt. Darauf wird die homogene Lösung mit 20 Teilen Essigsäure (60 %) versetzt. Anschließend wird die Farbstoffzubereitung mit kaltem, weichem Wasser auf 1000 Teile aufgefüllt.

Ein Kammzug aus Polyamid 6-Fasern wird mit dieser Farb-

- 20 flotte foulardiert, wobei die Flottenaufnahme etwa 80 % beträgt, und anschließend in einem Dämpfer bei 102 - 103°C während 15 Min. kontinuierlich gedämpft. Danach wird der Kammzug auf einer Lisseuse mit warmem Wasser von 50°C gewaschen und gespült. Man erhält eine sehr
25 gleichmäßige Graufärbung mit sehr guter Licht-, Wasch- und Schweißechtheit.

- 29 -

Beispiel 14

- Eine Mischung aus 20 Teilen des Farbstoffes gemäß C.I. 15710 (3. Auflage, Band 4) und 500 Teilen weichem Wasser von etwa 90°C wird unter Rühren mit 10 Teilen der
5 Verbindung des Beispiels 2 und 3 Teilen Natriumlaurylsulfonat und 2 Teilen Benzylalkohol versetzt und dann zu 100 Teilen einer 4 %igen wässrigen Zubereitung eines handelsüblichen Johannisbrotkernmehlderivates hinzugegeben. Darauf wird die Lösung
10 auf etwa 50°C abgekühlt und mit einem Gemisch aus 12 Teilen Chromfluorid, 20 Teilen Ameisensäure (85 %) und 100 Teilen heißem Wasser versetzt. Abschließend wird die Farbstoffzubereitung mit kaltem, weichem Wasser auf 1000 Teile aufgefüllt.
- 15 Mit dieser Farbpaste wird ein Wollkammzug auf einer Vi-
goureux-Druckmaschine (Walze 50:50) bedruckt und an-
schließend 20 Min. in einem Druckdämpfer mit Satt dampf bei etwa 108°C gedämpft. Danach wird der Kammzug auf einer Lisseuse mit warmem Wasser von 50°C gewaschen, ge-
20 spült und mit Ameisensäure abgesäuert.

Man erhält auf diese Weise einen Schwarzdruck mit sehr guten Licht- und Naßechtheiten.

Beispiel 15

- 5 Teile des 1:2-Chromkomplexes des Monoazofarbstoffes
25 Anthranilsäure → 1-Phenyl-3-methyl-pyrazolon werden mit 500 Teilen weichem Wasser von 70°C übergossen; anschließend wird ein Gemisch aus 4 Teilen der Verbindung des Beispiels 5 und 2 Teile Natriumlaurylsulfonat und 2 Teile der Verbindung folgender Formel

- 30 -



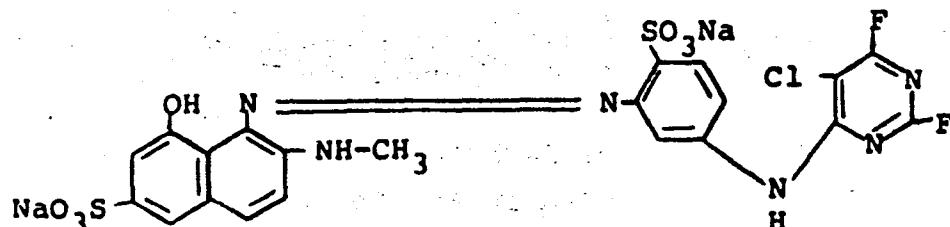
hinzugefügt. Die Mischung wird auf 80 - 90°C erhitzt und unter kräftigem Rühren zu 100 Teilen einer 4 %igen wässrigen Zubereitung eines handelsüblichen Johannisbrotkernmehlderivates hinzugegeben. Darauf wird die Lösung unter Rühren mit 5 Teilen Essigsäure (60 %) versetzt. Die nunmehr entstandene Farbflotte wird dann mit weichem Wasser auf 1000 Teile aufgefüllt. Diese Farbflotte wird mittels eines Auftragswerkes auf einen Polyamid 6.6-Tufted-Tepich gleichmäßig aufgetragen, wobei die Gewichtszunahme ca. 300 % beträgt, und anschließend wird der Teppich 15 Minuten in einem Dämpfer mit Sattdampf bei 102 - 103°C kontinuierlich gedämpft. Danach wird er auf einer Kontinue-Breitwaschmaschine mit warmem Wasser von 50°C gewaschen und gespült.

Man erhält eine sehr gleichmäßige Gelbfärbung, die keinen Grauschleier enthält und sehr gute Licht-, Wasser- und Shampooechtheit aufweist.

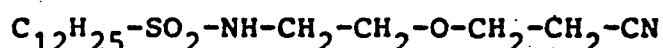
Beispiel 16

20 10 Teile des Farbstoffes folgender Formel

- 31 -



werden in 600 Teilen heißem, weichem Wasser von 80°C gelöst; anschließend werden 8 Teile der Verbindung des Beispiels 2 und 2 Teile Natriumlaurysulfonat und 2 Teile der 5 Verbindung folgender Formel



hinzugefügt. Die Lösung wird unter ständigem Rühren zu 200 Teilen einer 4 %igen wässrigen Zubereitung eines handelsüblichen Johannisbrotkernmehlderivates hinzugegeben. Hierauf wird die homogene Lösung mit 5 Teilen Essigsäure (60 %) versetzt. Abschließend wird die Farbstoffzubereitung mit kaltem, weichem Wasser auf 1000 Teile aufgefüllt. Eine Wollgabardine wird mit dieser Farbflotte auf einem Foulard imprägniert; die Gewichtszunahme beträgt etwa 80 %. Anschließend wird sie in einem Dämpfer mit Sattdampf während 15 Min. bei 102 - 103°C kontinuierlich gedämpft. Danach wird die Färbung mit warmem Wasser von 50°C, das einen pH-Wert von etwa 8,5 aufweist, gewaschen, gespült und mit Essig- bzw. Ameisensäure abgesäiert.

M/H erhält eine brillante Rotfärbung, die keinen Grauschleier enthält.



Beispiel 17

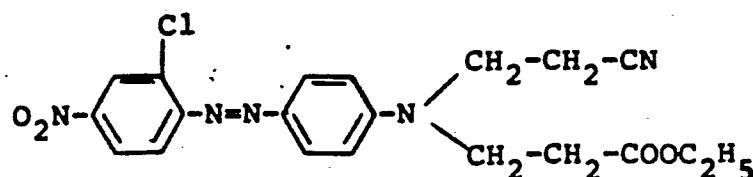
- 20 Teile des Farbstoffes gemäß C.I. 58005 (3. Auflage, Band 4) werden in 600 Teilen heißem, weichem Wasser von 80°C gelöst; anschließend wird ein Gemisch aus 10 Teilen der Verbindung des Beispiels 1 und 4 Teilen Natriumlaurylsulfonat und 2 Teilen Äthylen-glykolmonobutyläther hinzugegeben. Die Lösung wird unter kräftigem Rühren zu 200 Teilen einer 4 %igen wässrigen Zubereitung eines handelsüblichen Johannisbrotkernmehlderivates hinzugefügt. Die Lösung wird danach auf etwa 50°C abgekühlt und mit einem Gemisch aus 20 Teilen Chromfluorid, 30 Teilen Ameisensäure (85 %) und 100 Teilen heißem Wasser versetzt. Abschließend wird die Farbstoffzubereitung mit kaltem, weichem Wasser auf 1000 Teile aufgefüllt.
- 15 Mit den auf diese Weise erhaltenen Farbstoffen wird lose Wolle getränkt und zwischen zwei Foulardwalzen abgequetscht, wobei die Gewichtszunahme ca. 120 % beträgt, und anschließend 45 Min. in einem Dämpfer mit Sattdampf bei $102 - 103^{\circ}\text{C}$ kontinuierlich gedämpft. Danach wird die Färbung mit warmem Wasser von 50°C abermals gespült.

Man erhält eine ausgezeichnete blaustichige Rotfärbung mit sehr guter Schweiß-, Wasser- und Waschechtheit.

Beispiel 18

15 Teile des Dispersionsfarbstoffes folgender Formel

25



werden unter kräftigem Rühren in 500 Teile warmem Wasser von 50°C, das 12 Teile der Verbindung des Beispiels 7 enthält, eingestreut. Die Dispersion wird unter ständigem Rühren zu 200 Teilen einer 4 %igen wäßrigen Zubereitung eines handelsüblichen Johannisbrotkernmehlderivates hinzugegeben. Darauf wird die Farbstoffzubereitung unter Rühren mit 5 Teilen Essigsäure (60 %) versetzt. Abschließend wird sie mit kaltem Wasser auf 1000 Teile aufgefüllt.

Mit dieser Farbflotte wird ein Gewebe aus Polyäthylen-terephthalat auf einem Foulard imprägniert, wobei die Flottenaufnahme ca. 60 % beträgt, und 5 Min. in einem Druckdämpfer bei 135°C gedämpft. Danach wird die Färbung mit warmem Wasser von ca. 50°C abermals gespült.

Man erhält auf diese Weise eine sehr gleichmäßige Scharlachfärbung.

Beispiel 19

10 Teile des Farbstoffes C.I. 48040 (3. Auflage, Band 4) werden in 350 Teilen heißem, weichem Wasser von 90°C, das 1 Teil Essigsäure (60 %) enthält, gelöst.

Und 6 Teile des Farbstoffes C.I. 40215 (3. Auflage, Band 4) werden in 350 Teilen heißem, weichem Wasser von 90°C gelöst. Zunächst die letztgenannte Farbstofflösung und anschließend die Lösung des kationischen Farbstoffes werden unter Rühren zu 75 Teilen einer 4 %igen wäßrigen Zubereitung eines handelsüblichen Johannisbrotkernmehlderivates, die 10 Teile der Verbindung des Beispiels 2 enthält, hinzugegeben. Abschließend wird die Farbstoffzubereitung mit kaltem, weichem Wasser auf 1000 Teile aufgefüllt.

- 34 -

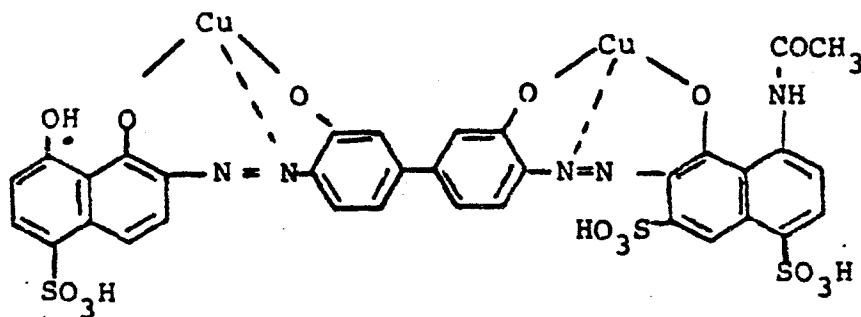
Ein Möbelbezugsstoff, bestehend aus Polyacrylnitrilfasern (Pol) und Baumwolle (Rücken), wird auf einem Foulard mit der oben beschriebenen Farbflotte imprägniert, wobei die Flottenaufnahme ca. 100 % beträgt. Anschließend wird er 5 in einem Dämpfer während 15 Min. bei 102 - 103°C kontinuierlich gedämpft. Danach wird die Färbung auf einer Kontinue-Breitwaschmaschine mit warmem Wasser von 50°C abermals gespült.

Man erhält eine hervorragende Gelbfärbung, die keinen 10 Grauschleier aufweist.

Beispiel 20

8 Teile des Farbstoffes C.I. 51004 (3. Auflage, Band 4) werden in 350 Teilen heißem, weichem Wasser von 90°C, das 1 Teil Essigsäure (60 %) enthält, gelöst.

15 Und 6 Teile des Farbstoffes folgender Formel



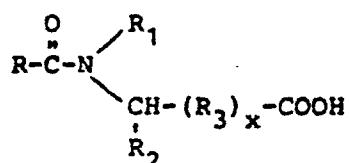
werden in 350 Teilen heißem, weichem Wasser von 90°C gelöst. Zunächst die letztgenannte Farbstofflösung und dann die Lösung des kationischen Farbstoffes werden unter

Röhren zu 75 Teilen einer 4 %igen wäßrigen Zubereitung eines handelsüblichen Johannisbrotkernmehlderivates, die 7 Teile der Verbindung des Beispiele 1 und 3 Teile Natriumlaurylsulfonat und 2 Teile Triacetin 5 enthält, hinzugegeben. Abschließend wird die Farbstoffzubereitung mit kaltem, weichem Wasser auf 1000 Teile aufgefüllt.

Ein Möbelplüschtuch, bestehend aus Polyacrylnitrilfasern (Pol) und Baumwolle (Rücken), wird auf einem Foulard mit der 10 oben erwähnten Farbflotte imprägniert, wobei die Flottenaufnahme ca. 100 % beträgt. Anschließend wird er in einem Dämpfer während 15 Min. bei 102 - 103°C kontinuierlich gedämpft. Danach wird die Färbung auf einer Kontinue-Breitwaschmaschine mit warmem Wasser von 50°C abermals 15 gespült. Man erhält eine ausgezeichnete Blaufärbung, die keinen Grauschleier aufweist.

Patentansprüche:

1. Oberflächenaktive Ester von mindestens 3 Hydroxylgruppen enthaltenden aliphatischen Polyolen und aliphatischen, cycloaliphatischen oder araliphatischen Acylaminocarbonsäuren, die insgesamt mindestens 8, vorzugsweise 12-60, Kohlenstoffatome enthalten und die durch aliphatische Carbonsäuren mit 1-4 Kohlenstoffatomen, aromatische oder araliphatische Carbonsäuren, aliphatische, aromatische oder araliphatische Sulfon-, Kohlen- oder Carbaminsäuren acyliert sind.
2. Oberflächenaktive Ester gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie sich von Acylaminocarbonsäuren der Formel

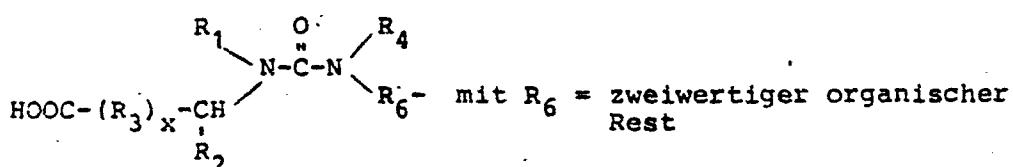


15 in der

R für H, für $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkyl, $\text{C}_1\text{-C}_{22}$ -Alkoxy, $\text{C}_3\text{-C}_{22}$ -Alkenoxy, Aryl, Aralkyl, Aroxy Aralkoxy oder für den Rest R_4 steht,



R_1 , R_4 und R_5 für H, $\text{C}_1\text{-C}_{22}$ -Alkyl, $\text{C}_3\text{-C}_{22}$ -Alkenyl, Cycloalkyl, Aryl oder Aralkyl stehen, oder R_5 für einen Rest



steht,

- 37 -

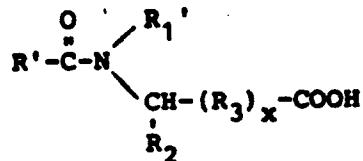
R₂ für H, COOH, COO C₁-C₄-Alkyl oder C₁-C₆-Alkyl,

R_3 für C_1-C_{10} -Alkylen und

- x für 0 oder 1 stehen, wobei mindestens einer der Reste R₁ bis R₅ mindestens 6 Kohlenstoffatome enthält, die Alkyl-, Alkenyl- und cyclischen Resten Substituenten tragen können und die Gesamtkohlenstoffzahl 20 - 60 beträgt, wenn R₅ durch den genannten Harnstoffrest substituiert ist, und für alle anderen Fälle 12 - 30 beträgt,

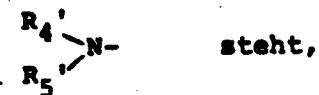
ableiten.

10 3. Oberflächenaktive Ester gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie sich von Acylaminocarbonsäuren der Formel



in der .

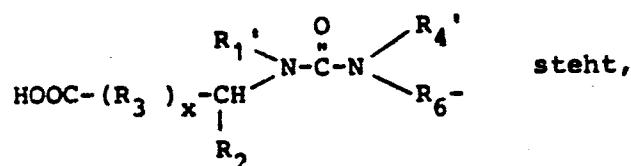
15 R' für Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₂₂-Alkoxy, C₃-C₂₂-Alkenyloxy, Phenyl, Naphthyl, Benzyl, Phenyläthyl, Naphthylmethyl, Phenylöxy, Benzyloxy, Phenyläthyloxy oder für einen Rest



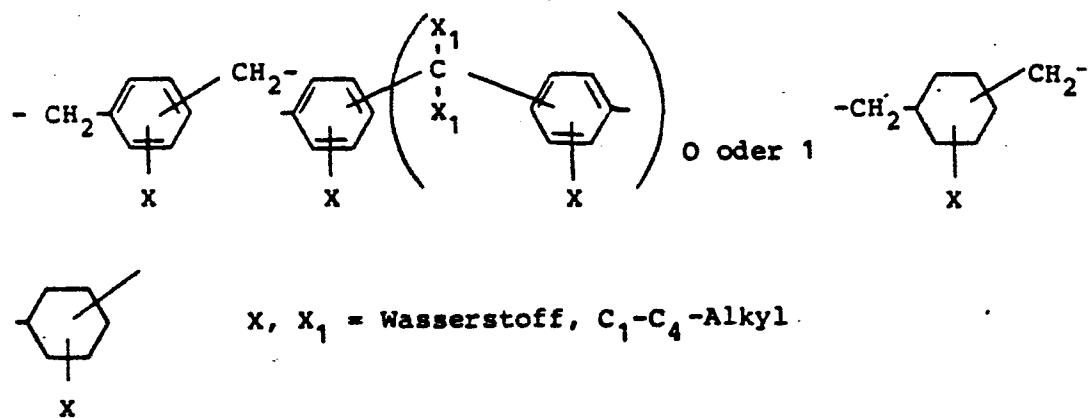
- 38 -

R_1' , R_4' und R_5' für Wasserstoff, C_1 - C_{22} -Alkyl, C_3 - C_{22} -Alkenyl, Cyclohexyl, Tetrahydronaphthyl, Dekahydronaphthyl, Abietyl, Phenyl, Naphthyl; Benzyl oder Phenyläthyl stehen oder

5 R_5' für einen Rest der Formel

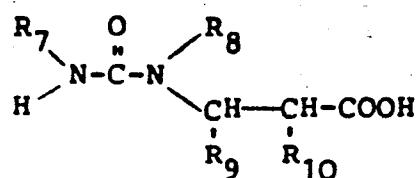


R_6 für C_2 - C_8 -Alkylen oder einen Rest der Formeln

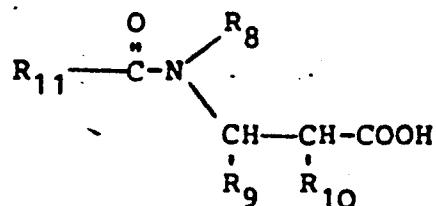


10 steht, und in der
R₂, R₃ und x die in Anspruch 2 angegebene Bedeutung ha-
ben und mindestens einer der Reste R₁', R₂, R₃, R₄' und
R₅' mindestens 6 Kohlenstoffatome enthält, und die Alkyl-,
Alkenyl- und die cyclischen Reste durch Fluor, Chlor, Brom,
15 Cyan, Carboxyl, C₁-C₄-Alkoxycarbonyl, Carbamoyl oder
C₁-C₄-Alkoxy substituiert sein können und die cyclischen
Reste außerdem durch C₁-C₄-Alkyl, ableiten.

4. Oberflächenaktive Ester gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie sich von Acylaminocarbonsäuren der Formel

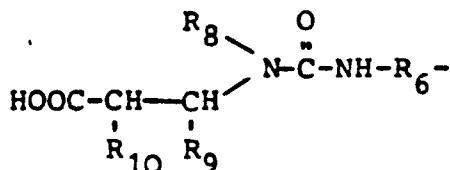


oder.



5 worin

R_7 für C_1-C_{22} -Alkyl, C_3-C_{22} -Alkenyl, Cyclohexyl, Tetrahydronaphthyl, Dekahydronaphthyl, Abietyl, Phenyl, Naphthyl, Benzyl, Phenyläthyl oder einen Rest der Formel



wobei

R_6 die in Anspruch 3 angegebene Bedeutung hat,

R₈ für Wasserstoff, C₁-C₂₂-Alkyl, C₃-C₂₂-Alkenyl, Cyclohexyl, Tetrahydronaphthyl, Dekahydronaphthyl, Abietyl, Benzyl oder Phenyläethyl,

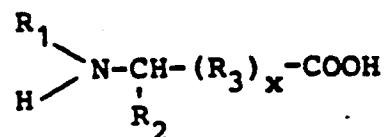
15

R_9 für Wasserstoff oder Carboxyl und

- 40 -

R₁₀ und R₁₁ für Wasserstoff oder Methyl stehen,
 mindestens einer der Reste R₇ oder R₈ mindestens 8
 Kohlenstoffatome besitzt, und die Alkyl-, Alkenyl-
 und cyclischen Reste die in Anspruch 3 genannten
 5 Substituenten tragen können,
 ableiten.

5. Oberflächenaktive Ester gemäß Anspruch 1, dadurch gekenn-
 zeichnet, daß sie sich von Sorbit, Glucose, Alkyl- oder
 Hydroxyalkylglycosiden, Tetralose, Raffinose, Saccharose
 10 oder deren Mischungen ableiten.
6. Verfahren zur Herstellung von oberflächenaktiven Estern
 des Anspruchs 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Amino-
 carbonsäuren, die am Stickstoff mindestens ein Wasser-
 stoffatom enthalten, oder ihre Derivate, insbesondere
 15 Alkylester, Anhydride oder Halogenide, mit mindestens
 3 Hydroxylgruppen enthaltenden aliphatischen Polyolen
 und Acylierungsmitteln in beliebiger Reihenfolge um-
 setzt.
7. Verfahren gemäß Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß
 20 man Carbonsäuren der Formel



worin R₁, R₂, R₃ und x die in Anspruch 2 angegebene Be-
 deutung haben, mit mindestens 3 Hydroxylgruppen enthalten-
 den aliphatischen Polyolen und Acylierungsmitteln der
 25 Formeln

- 41 -

R-CO-Y R₄-NCO oder OCN-R₆-NCO

worin R, R₄ und R₆ die in Anspruch 2 angegebene Bedeutung haben, und Y für eine C₁-C₄-Alkoxygruppe, Halogen oder die Gruppe -O-COR steht, umgesetzt.

- 5 8. Verfahren gemäß Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß pro Äquivalent Carboxylgruppe 0,8 bis 1,2 Mol aliphatisches Polyol eingesetzt werden.
9. Verwendung der Verbindungen gemäß Anspruch 1 als Hilfsmittel beim Färben und Bedrucken von Materialien aus natürlichen und/oder synthetischen Fasern.
10. Verwendung der Verbindungen gemäß Anspruch 1 als Hilfsmittel zum kontinuierlichen Färben oder Bedrucken von Textilmaterien aus natürlichen und/oder synthetischen Fasern.



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 78 10 0355

| EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE | | | KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.) |
|----------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|-------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Kategorie | Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile | betrifft Anspruch | RECHERCHIERTE SACHGEBiete (Int. Cl.) |
| A | <u>FR - A - 1 337 215</u> (THE CUBAN-AMERICAN SUGAR CO) * Seiten 1-4 *— | 1,2,9 | C 07 H 13/04 D 06 P 1/642 D 06 P 1/649 C 11 D 1/38 C 07 C 103/46 C 07 C 103/84 C 07 C 125/06 C 07 C 127/15 C 07 C 127/17 C 07 C 127/19 |
| A | <u>DE - A - 2 349 278</u> (HENKEL & CIE) * Seiten 1-3 *— | 1,2,9 | |
| A | <u>BE - A - 672 897</u> (BAYER AG) * Seiten 1-2 *— | 1,2,9 | |
| A | <u>FR - A - 2 203 806</u> (ANJINOROTO) * Seiten 1-3 *— | 1,2,9 | C 07 H 13/04 C 07 C 103/46 C 07 C 103/48 C 07 C 125/06 C 07 C 127/15 C 07 C 127/17 C 07 C 127/19 C 07 C 103/84 |
| A | <u>NL - A - 275 949</u> (BAYER AG) * Seiten 1-3 *— | 1,2,9 | D 06 P 1/64 D 06 P 1/48 D 06 P 1/649 D 06 P 1/642 |
| A | <u>NL - A - 295 975</u> (BAYER AG) * Seiten 1-3 *— | 1,2,9 | |
| Y9 Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt. | | | KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE |
| | | | X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument S: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument |
| Recherchenort | Abschlußdatum der Recherche | Prüfer | |
| Den Haag | 27-10-1978 | VERHULST | |