

①⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

①⑰ Anmeldenummer: **82810054.5**

①⑮ Int. Cl.³: **D 06 L 3/12**
C 09 B 67/00, D 06 P 1/00

①⑱ Anmeldetag: **08.02.82**

①⑳ Priorität: **12.02.81 CH 940/81**
26.05.81 CH 3439/81
30.10.81 CH 6946/81

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
25.08.82 Patentblatt 82/34

①④ Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR GB IT LI NL SE

① Anmelder: **CIBA-GEIGY AG**
Patentabteilung Postfach
CH-4002 Basel(CH)

⑦② Erfinder: **Abel, Heinz**
Egertenstrasse 5
CH-4153 Reinach(CH)

⑦② Erfinder: **Becker, Carl, Dr.**
Faidostrasse 9
CH-4059 Basel(CH)

⑦② Erfinder: **Schäfer, Paul, Dr.**
Kornfeldstrasse 11
CH-4125 Riehen(CH)

⑤④ **Stabile Präparation eines Behandlungsmittels für textile Substrate.**

⑤⑦ **Stabile Präparation eines Behandlungsmittels für textile Substrate, welche mindestens**

- (a) ein in Wasser schwer- bis unlösliches organisches Lösungsmittel, in dem Komponente (b) gelöst und Komponente (c) gelöst oder dispergiert sind,
- (b) ein in Wasser schwer- bis unlösliches Trägermedium für die Komponente (c),
- (c) ein in Wasser schwer- bis unlösliches Behandlungsmittel, das in Trägermedium (b) löslich oder dispergierbar ist, und gegebenenfalls zusätzlich
- (d) eine feste in Wasser schwerlösliche Carbonsäure,
- (e) ein polares organisches Lösungsmittel und/oder weitere Zusatz- oder Hilfsstoffe enthält.

Die neuen Präparation, welche als Behandlungsmittel vorzugsweise optische Aufheller enthält, wird insbesondere zum Aufhellen von synthetischen Fasermaterialien, vor allem Fertigfabrikaten wie Gardinen oder Leibwäsche, verwendet.

CIRA-GEIGY AG
Basel (Schweiz)

1-13287/1+2

Stabile Präparation eines Behandlungsmittels für textile Substrate ---

Vorliegende Erfindung betrifft eine stabile Präparation eines Behandlungsmittels für textile Substrate. Insbesondere bezieht sie sich auf eine neue, stabile, konzentrierte oder verdünnte Flüssigformulierung eines optischen Aufhellers zum Aufhellen von Fasermaterialien, insbesondere Fertigfabrikaten wie z.B. Leibwäsche und vor allem Gardinen aus synthetischen Fasermaterialien, vorzugsweise aus Polyesterfasern.

Um nichtkonfektioniertes Textilmaterial optisch aufzuhellen, geht man in der Regel so vor, dass man z.B. in Wasser schwerlösliche optische Aufheller durch ein Ausziehverfahren oder insbesondere durch einen Foulardierprozess auf das Textilmaterial aufbringt und das Material anschliessend bei Temperaturen von über 100°C thermofixiert.

Bei konfektionierten Textilmaterialien erweist sich dieses Verfahren bei hohen Temperaturen als praktisch nicht durchführbar.

Die Versuche, Textilmaterialien, z.B. Polyestergardinen bei tieferen Temperaturen aufzuhellen, führten ebenfalls bisher nicht zu brauchbaren Erfolgen.

Die für das Aufhellen konfektionierter Textilmaterialien angegebene Problematik gilt gleichermassen auch für das Färben bzw. das Ausrüsten dieser Materialien, mit z.B. Antimikrobika, Weichgriffmitteln, UV-Adsorbieren, Pigmenten, Weichmachern oder schmutzabweisenden Mitteln.

Aufgabe der Erfindung ist es daher, ein neues Applikationssystem zu finden, das es erlaubt, auch konfektionierte Textilware bei niedrigeren Temperaturen auszurüsten, zu färben und insbesondere bei Raumtemperatur optisch aufzuhellen.

- 2 -

Die Lösung dieser Aufgabe besteht darin, dass man zur besagten Behandlung, insbesondere beim optischen Aufhellen von natürlichen oder synthetischen Fasermaterialien, vorzugsweise Textilien aus Polyesterfasern oder Mischgewebe mit überwiegendem Polyesteranteil und vor allem Gardinen aus Polyesterfasern spezifische Präparationen, wie im folgenden beschrieben, einsetzt. Diese Präparationen besitzen eine entsprechend ausgeprägte Wirksamkeit. Sie können direkt einem Behandlungsbad, z.B. einer Spülflotte, zugesetzt und dann sogar bei Raumtemperatur in kurzer Zeit auf das Substrat als, alkalisch gut abwaschbare oder gegebenenfalls auch permanente, Ausrüstung aufgebracht werden.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist demnach eine stabile Präparation eines Behandlungsmittels für textile Substrate, welche dadurch gekennzeichnet ist, dass sie mindestens

- (a) ein in Wasser schwer lösliches bis unlösliches organisches Lösungsmittel, in dem die Komponente (b) gelöst und die Komponente (c) gelöst oder dispergiert sind,
- (b) ein in Wasser schwer lösliches bis unlösliches Trägermedium für die Komponente (c) und
- (c) ein in Wasser schwer lösliches bis unlösliches Behandlungsmittel, das in Trägermedium (b) löslich oder dispergierbar ist, enthält.

Neben den genannten Komponenten (a), (b) und (c) kann die erfindungsgemässe Formulierung noch zusätzlich

- (d) eine feste, im Wasser schwerlösliche und vorzugsweise in Lösungsmittel (a) lösliche Carbonsäure und/oder
- (e) ein polares organisches Lösungsmittel sowie weitere Zusatz- oder Hilfsstoffe enthalten.

Die Komponenten (a), (b), (c), (d) und (e) können als Einzelverbindungen oder als Gemisch vorhanden sein.

Bevorzugte Präparationen enthalten alle angegebenen Komponenten (a), (b), (c), (d) und (e) oder insbesondere Komponenten (a), (b) und (c) oder vor allem (a), (b), (c) und (d).

Bei den als Komponente (a) in Betracht kommenden organischen Lösungsmitteln handelt es sich vorzugsweise um solche, die flüchtig, wasserunlöslich oder aber nur beschränkt wasserlöslich sind und gleichzeitig eine organophile bzw. organische Flüssigphase bilden können. Unter beschränkter Wasserlöslichkeit ist eine solche von weniger als 0,1% zu verstehen, d.h. bei Raumtemperatur sollte sich höchstens ein Gramm Lösungsmittel in einem Liter Wasser lösen.

Als derartige, in Wasser eine zweite Phase bildende Lösungsmittel seien beispielsweise genannt:

Alkohole mit mindestens 4 Kohlenstoffatomen, wie z.B. n-Butanol, Isobutanol, sekundär Butanol, Pentanole, Hexanole, Trimethylhexanol, Heptanole, Octanole, Benzylalkohol, Phenetol, Phenoxyethanol, Chlorphenoxyethanol, Phenylglykol, Cyclopentanol, Cyclohexanol; aromatische Aldehyde wie Benzaldehyd oder Furfurol; Ester einer aliphatischen oder aromatischen Carbonsäure, wie z.B. Essigsäureester, wie Ethylacetat, Isopropylacetat, Butylacetat, Amylacetat, Ethylglykolacetat, Essigsäurebenzylester, Acetessigester, Propionsäureester, Adipinsäureester, Sebacinsäureester, Bernsteinsäureester, Malonsäureester, Benzoessäureester oder Salicylsäureester; Ketone wie Methylethylketon, Methylpropylketon, Methyl-iso-butylketon, Methyl-iso-amylketon, Methylamylketon, Ethylbutylketon, Cyclohexanon, Methylcyclohexanon; aromatische, gegebenenfalls durch Halogen oder Nitrogruppen substituierte, mono- oder polycyclische Kohlenwasserstoffe, wie z.B. Benzol; Alkylbenzole wie Toluol, Xylol, Trimethylbenzol, Ethylbenzol oder Methylethylbenzol; Chlorbenzole, Nitrobenzol, Diphenylalkane, alkylsubstituierte Diphenylalkane, alkylsubstituiertes Diphenyl, Chlordiphenyl, Trichlordiphenyl, Dibenzyltoluol, benzylierte Xylole, Terphenyl, hydriertes Diphenyl oder Terphenyl,

- 4 -

Tetralin, Naphthene; aliphatische Kohlenwasserstoffe mit einem Flammpunkt über 40°C; polyhalogenierte Paraffine wie Chlorparaffin; ferner Mesityloxid, Isophoron, Acetophenon, Dibutyloxalat; Benzonitril, Acrylnitril, Ethylenchlorid, Propylencarbonat, Hexylcellosolve, Phenylcellosolve. Es können auch Gemische dieser Lösungsmittel verwendet werden.

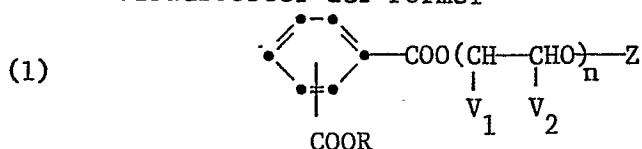
Besonders vorteilhaft sind Lösungsmittel mit Flammpunkt über 50°C, die nicht giftig sind und nicht stark oder zumindest angenehm riechen und die sich leicht und vollständig entfernen lassen, wie z.B. aliphatische Kohlenwasserstoffe, Benzylalkohol, Phenoxyethanol, Propylencarbonat, Malonsäurediester, z.B. Malonsäure-dimethyl- und -diethylester; Benzoesäureester (Methyl-, Ethyl-, Butyl-), Adipinsäurediester, z.B. Adipinsäuredimethyl- und -diethylester; Essigsäureester, wie z.B. Essigsäure-2-ethyl-hexylester, Essigsäure-2-n-butoxyethylester, Essigsäurebenzylester oder Essigsäurephenylester, Oxalsäurediethylester, Bernsteinsäuredimethyl- oder -diethylester, Oleylalkohol oder Alkylbenzole wie z.B. Trimethylbenzol und Ethylbenzol; ferner Diethylenglykol-diethylether oder 2,6-Dimethylheptanol-4.

Die das Trägermedium lösenden Lösungsmittel, die in der Regel in Wasser eine zweite Phase bilden, sind nur für das gleichmässige Aufbringen des Trägers auf das lipophile Substrat notwendig. Nach der Applikation sind sie eher überflüssig und sollten entweder abdunsten oder im Spülwasser verbleiben.

Das Trägermedium (b) kann flüssig oder fest sein oder auch aus einer Kombination von festen und flüssigen Trägersubstanzen bestehen. Unter flüssigen Trägermedien sind organische, lipophile Flüssigkeiten mit extrem niedrigem Dampfdruck (≤ 1 mm bei 150°C), z.B. sogenannte Weichmacher oder Plastifizierungsmittel, zu verstehen. Besonders vorteilhaft sind Glycerintrierester wie Triacetin, Phosphorsäureester; acyclische (aliphatische) Dicarbonsäureester, z.B. Adipate, wie Adipinsäuredioctylester, Phthalsäuremono- oder -diester, ferner Fettsäureester oder Epoxidweichmacher

Der Esteranteil der Phthalsäureester leitet sich bevorzugt von aliphatischen Alkoholen mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen ab. Dabei sind Phthalsäuredimethylester, Phthalsäurediethylester, Phthalsäuredibutyl- oder Phthalsäure-di-2-ethylhexylester, Phthalsäure-di-3,5,5-trimethylhexylester, Phthalsäuredioctylester oder Phthalsäurediisononylester gut geeignet. Besonders bevorzugt unter diesen sind die Diester der Phthalsäure mit Alkanolen mit 1 bis 9 Kohlenstoffatomen.

Sehr vorteilhaft sind auch gemischte Phthalsäureester von Fettalkoholen mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, vor allem Stearylalkohol und C_8-C_{22} Alfolen, und Alkylenglykolen oder Alkylenglykolmonoalkylethern. Bei den Alfolen handelt es sich um lineare primäre Alkanole. Bevorzugt sind dabei Phthalsäureester der Formel



in der R einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, vorteilhafterweise Alkyl oder Alkenyl je mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatomen, von V_1 und V_2 eines Wasserstoff oder Methyl und das andere Wasserstoff, Z Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, insbesondere Methyl oder Ethyl und n 1 bis 4, vorzugsweise 2 oder 3 bedeuten. Die Estergruppe -COOR kann in o-, m- oder p-Stellung sein. Vorzugsweise befindet sich in o-Stellung und bildet somit die o-Phthalsäurediester.

Vorzugsweise bedeutet in der Formel (1) R Alkyl mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen, insbesondere 12 bis 18 Kohlenstoffatomen und V_1 und V_2 je Wasserstoff. Z ist vor allem Wasserstoff.

Weitere Einzelheiten über die Zusammensetzung der als Trägermedium (b) in Betracht kommenden gemischten Phthalsäureester einschliesslich ihrer Herstellung sind in der deutschen Offenlegungsschrift 2 834 412 beschrieben.

Die Einsatzmengen der Phthalsäurediester bewegen sich nach der vorliegenden Erfindung zweckmässig zwischen 1,5 bis 30 Gewichtsprozent, vorzugsweise 2 bis 20 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gewicht der Präparation.

Bevorzugt ist das Trägermaterial fest und lipophil. Es sollte zweckmäßigerweise das Behandlungsmittel (c) lösen, oder, sofern (c) unlöslich ist, in feiner Dispersion halten können. Vorzugsweise löst das Trägermedium die erfindungsgemäss mitverwendete Komponente (c) und ist selbst im Lösungsmittel (a) gelöst. Ein geeignetes Trägermedium wird entsprechend der Art des zu verwendenden Behandlungsmittels ausgewählt sowie entsprechend dem Verwendungszweck der erfindungsgemässen Präparation. Das erfindungsgemäss verwendete Trägermedium (b) dient nach erfolgter Applikation in der Regel als festes Lösungsmedium und, insbesondere, wenn das Behandlungsmaterial (c) in (a) und (b) nicht löslich ist als Bindemittel für das Behandlungsmaterial, ferner gegebenenfalls gleichzeitig als Ausrüstmittel (Weichmachungsmittel, schmutzabweisendes Mittel, Appreturmittel) für das zu behandelnde Textilmaterial.

Besonders günstig als Trägermedien für die vorliegende Präparation sind organolösliche Kunstharze, wie z.B. Petroleum-Kohlenwasserstoffharze, Polyterpenharze, Esterdiolalkoxylate, Ketonharze, Polyamidharze, Sulfonamidharze, Siliconharze, Isobutyraldehyd-Formaldehydharze, Melamin-Formaldehydharze; Homo- und Copolymere von Acrylsäure, Methacrylsäure, Acrylsäureestern, Methacrylsäureestern, Acrylamid, Methacrylamid, Vinylbutyral, Vinylchlorid, Vinylidenchlorid, Vinylalkohol, Styrol, Vinylacetat, Vinylacetat/Vinyllaurat, ferner Vinylacetal/Vinylacetat/Vinylalkohol-terpolymere, Polyolefine, Polyepoxide, Polyamide, Polyaminoamide, Polyurethane, Polyhydantoine, Polycarbonate, Polysulfone, modifizierte Polyvinylpyrrolidone, Nitrocellulose; Celluloseäther, wie z.B. Methylcellulose, Ethylcellulose, Hydroxyethylcellulose, Benzylcellulose; Celluloseester, wie z.B. Celluloseacetate, Cellulosepropionate, Cellulosebutyrate, Celluloseaceto- butyrate, sowie lineare Polyester. Besonders bevorzugt sind saure Harze, wie z.B. Polyanhydridharze, da sie in alkalischen Waschprozessen leicht wieder entfernt werden können.

Für Anwendungen, bei denen weniger die optische Aufhellung, sondern andere Ausrüstungsziele, z.B. Färbung, Griffappretur im Vordergrund stehen, kommen auch Polymere und Harze (b) infrage, die nicht gänzlich

farblos sind, wie z.B. Kolophoniumharze, Alkydharze, Polyethylenwachse, Phenol-Formaldehydharze, Polybenzimidazole.

Solche Kunstharze sind z.B. in den Lackrohstoff-Tabellen von Dr. Erich Karsten, 5. Auflage, 1972, C.R. Vincentz-Verlag, Hannover, näher beschrieben.

Die Einsatzmengen der Kunstharze bewegen sich nach der vorliegenden Erfindung zweckmässig zwischen 0,5 und 40 Gewichtsprozent, vorzugsweise 5 und 25 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gewicht der Präparation.

Anstelle von oder in Kombination mit neutralen Harzen eignen sich als Komponente (b) insbesondere auch Phthalsäuremonoester, die durch Veresterung der o-Phthalsäure mit einem Fettalkohol von vorzugsweise 12 bis 22 Kohlenstoffatomen erhalten werden. Bevorzugte Phthalsäuremonoester haben einen Erweichungspunkt von mindestens 50°C. Beispiele derartiger carbonsaurer Ester sind Phthalsäuremonostearylester, Phthalsäuremonobehenylester und Monoester aus Phthalsäure und einem C₁₀-C₁₄-Fettalkoholgemisch wie z.B. den Alfolen. Die Phthalsäuremonoester werden bevorzugt auch in Kombination mit der sauren Komponente (d) und insbesondere mit Stearinsäure eingesetzt.

Je nachdem ob die Phthalsäuremonoester allein als Komponente (b) oder in Kombination mit den neutralen Harzen und/oder der Komponente (d) eingesetzt werden, bewegen sich die Einsatzmengen der Phthalsäuremonoester zweckmässig zwischen 2 und 20 Gewichtsprozent, vorzugsweise 3 und 15 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gewicht der gesamten Präparation.

Als in Wasser schwerlösliche bis unlösliche Behandlungsmittel (Komponente (c)) kommen hierbei insbesondere optische Aufheller (Weisstöner) sowie Farbstoffe, wie z.B. Dispersionsfarbstoffe, Metallkomplexfarbstoffe oder lösungsmittellösliche Farbstoffe, feindispersierte lipophile Bunt- und Weisspigmente, Antistatika, Antimikrobika, Geruchsstoffe, Gerbstoffe, UV-Absorber, Mottenschutzmittel, Hydrophobiermittel, Weichgriffmittel, Weichmacher oder schmutzabweisende Mittel in Betracht. Diese Behandlungs-

- 8 -

mittel können je nach Verwendungszweck einzeln oder kombiniert eingesetzt werden. Als Schwer- bis Unlöslichkeit ist eine Löslichkeit von weniger als 0,01 % bei Raumtemperatur zu verstehen.

Erfindungsgemäss besonders bevorzugte Behandlungsmittel sind in Wasser schwer lösliche optische Aufheller, welche vorzugsweise für Chemiefasern, z.B. Polyamidfasern, Polyacrylnitrilfasern und vor allem Polyesterfasern, Verwendung finden.

Die optischen Aufheller können beliebigen Aufhellerklassen angehören. Insbesondere handelt es sich um Cumarine, Triazolcumarine, Benzocumarine, Oxazine, Pyrazine, Pyrazoline, Diphenylpyrazoline, Stilbene, Styrylstilbene, Triazolylstilbene, Bisbenzoxazolylethylene, Stilbene-bis-Benzoxazole, Phenylstilbenbenzoxazole, Thiophen-bis-Benzoxazole, Naphthalin-bis-Benzoxazole, Benzofurane, Benzimidazole, Furan-bis-Benzimidazole und Naphthalimide.

Es können auch Mischungen von optischen Aufhellern bzw. von optischen Aufhellern mit geeigneten blau- bis violettfarbigen Nuancierfarbstoffen erfindungsgemäss verwendet werden. Die optischen Aufheller können auch in Kombination mit lipophilisierten Weisspigmenten eingesetzt werden, wobei die Weisspigmente in Thermoplasten wie z.B. Polyester oder Polyamid eingebettet und in feinverteilter Form vorhanden sind.

Weitere wichtige Behandlungsmittel, die erfindungsgemäss speziell für Keratinfasern (Wolle) eingesetzt werden können, sind Antimikrobika wie z.B. halogenierte Hydroxydiphenylether und Mottenschutzmittel, z.B. auf Harnstoffbasis oder vor allem 5-Phenylcarbamoylebarbitursäureverbindungen und/oder Pyrethroide wie Permethrin oder Cypermethrin.

Bei den als Komponente (d) in Frage kommenden wasserschwerlöslichen Carbonsäuren handelt es sich vor allem um Fettsäuren, die vorteilhafterweise 8 bis 24, vorzugsweise 12 bis 22 Kohlenstoffatome aufweisen und gesättigt oder ungesättigt sein können, wie z.B. die Capryl-, Pelargon-, Caprin-, Laurin-, Myristin-, Palmitin-, Stearin-, Arachin-, Kokosfett-

(C₁₀-C₁₆)-, Talgfett-, Behen-, Lignocerin-, Decen-, Dodecen-, Tetradecen-, Hexadecen-, Oelein-, Linol-, Linolen-, Ricinol-, Eicosen-, Docosen-, Hiragon-, Eläostearinsäure, Lican-, Parinar-, Arachidon- oder Clupanodon-säure.

Weitere Carbonsäuren, die erfindungsgemäss als Komponente (d) eingesetzt werden können, sind Benzoessäure, Hydroxybenzoessäure, Gallussäure, Phenylelessigsäure oder Abietinsäure. Im Vordergrund des Interesses stehen Laurinsäure, Palmitinsäure, Behensäure oder insbesondere Stearinsäure, bzw. Stearin. Die Komponente (d) wird vorzugsweise in Kombination mit den als Komponente (b) eingesetzten neutralen Harzen verwendet. In gewissen Fällen können die Carbonsäuren der Komponente (d) auch als Trägermedium (b) in Betracht kommen. Die Komponente (d) dient insbesondere zur Verbesserung der Abwaschbarkeit durch alkalische Wäsche der erfindungsgemäss aufgebrauchten Ausrüstungen.

Die Einsatzmengen der wasserschwerlöslichen Carbonsäuren (Komponente (d)), bewegen sich zweckmässig zwischen 2 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise 4 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der Präparation.

Zusätzlich können die erfindungsgemässen Präparationen als polares Lösungsmittel (e) ein mit Wasser mischbares organisches Lösungsmittel enthalten. Ein solcher Zusatz dient dazu, die Verteilung der Präparation bei der Anwendung in wässrigen Medien zu verbessern, d.h. die sich bildenden Tröpfchen der organischen Phase feiner aufzuteilen, so dass sie nicht zu schnell koaleszieren. Beispiele von mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmitteln sind aliphatische C₁-C₃-Alkohole wie Methanol, Ethanol oder die Propanole; Alkylenglykole wie Ethylenglykol oder Propylenglykol; Monoalkylether von Glykolen wie Ethylenglykolmonomethyl-, -ethyl- oder -butylether und Diethylenglykolmonomethyl- oder -ethyl-ether; Ketone wie Aceton, Diacetonalkohol; Ether wie Diisopropylether, Diphenyloxid, Dioxan, Tetrahydrofuran, ferner Tetrahydrofurfurylalkohol, Pyridin, Acetonitril, N-Methylpyrrolidon, γ -Butyrolacton, N,N-Dimethylformamid, N,N-Dimethylactamid, Tetramethylharnstoff, Tetramethylsulfon.

Auch Mischungen der genannten Lösungsmittel können verwendet werden:

Bevorzugte erfindungsgemässe Präparationen enthalten mindestens folgende Komponenten:

- (Aa) ein in Wasser schwer lösliches bis unlösliches organisches Lösungsmittel mit Flammpunkt über 50°C,
- (Bb) ein organolösliches Kunstharz und/oder einen Phthalsäuremono- oder -diester oder ein Gemisch davon
- (Cc) einen in Wasser schwerlöslichen optischen Aufheller und gewünschtenfalls
- (Dd) eine Fettsäure mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen.

Bei Anwesenheit der Fettsäure können speziell alkalisch gut abwaschbare Ausrüstungen erzielt werden.

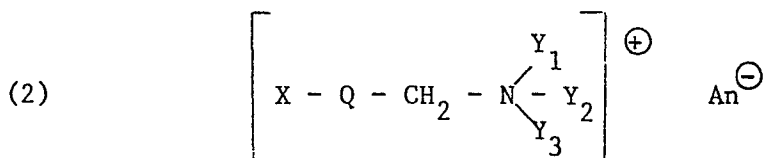
Ausser den Komponenten (a), (b), (c) und gegebenenfalls (d) und (e), vorzugsweise anstelle von (e), kann die erfindungsgemässe Präparation zusätzlich geringe Mengen anionischer, kationischer, amphoterer oder nichtionogener Tenside enthalten. Vorzugsweise kommen nichtionogene oder kationische Tenside in Betracht. Die nichtionogenen Tenside dienen in erster Linie, um die organische Phase labil anzuemulgieren.

Die anionischen Tenside sind vorzugsweise Derivate von Alkylenoxidaddukten, beispielsweise saure Ethergruppen oder vorzugsweise Estergruppen von organischen oder anorganischen Säuren enthaltende vorzugsweise sulfatierte Anlagerungsprodukte von Alkylenoxiden, besonders Ethylenoxid und/oder Propylenoxid oder auch Styroloxid an aliphatische Kohlenwasserstoffreste mit insgesamt mindestens 4 Kohlenstoffatomen aufweisende organische Hydroxyl-, Carboxyl-, Amino- und/oder Amidverbindungen wie z.B. höhere Fettalkohole, Fettsäuren, Fettamine, Fettsäureamide oder Alkylphenole bzw. Mischungen dieser Stoffe. Diese Anlagerungsprodukte können einen Alkoxylierungsgrad von etwa 2 bis 100, insbesondere 5 bis 40 Ethoxy- und/oder Propoxygruppen aufweisen. Die sauren Ether oder Ester können als freie Säuren oder Salze, z.B. Alkalimetall-, Erdalkalimetall-, Ammonium- oder Aminsalze vorliegen. Bevorzugte anionische Tenside sind Alkylarylsulfonate mit geradkettiger oder verzweigter Alkyl-

kette mit mindestens 6 Kohlenstoffatomen im Alkylteil, z.B. Nonyl- oder Dodecylbenzolsulfonate oder Diisobutyl-naphthalinsulfonate sowie Sulfonate von Dicarbonsäureestern wie z.B. Dioctylsulfosuccinate.

Die kationischen Tenside können als basische Substituenten beispielsweise Amino-, Imino-, quaternäre Ammonium- oder Immonium-, tertiäre Phosphino-, quaternäre Phosphonium- oder Sulfoniumgruppen, ferner Thioronium- oder Guanidiniumgruppen enthalten. Bevorzugte basische Substituenten sind tertiäre Aminogruppen und vor allem quaternäre Ammoniumgruppen. Diese enthalten als N-Substituenten aliphatische, cycloaliphatische oder araliphatische Gruppen, wobei die N-Substituenten auch fünf- bis achtegliedrige, besonders sechsgliedrige Ringe bilden können.

Für die Anwendung nach der vorliegenden Erfindung haben sich als kationische Tenside quaternäre Ammoniumverbindungen der Formel



als besonders geeignet erwiesen, worin X einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 10 bis 18 Kohlenstoffatomen oder einen cycloaliphatischen Rest von 5 bis 12 Kohlenstoffatomen,

Y_1 und Y_2 Niederalkyl, vorzugsweise Methyl oder Ethyl, oder zusammen mit dem sie verbindenden Stickstoffatom einen fünf- oder sechsgliedrigen gesättigten heterocyclischen Rest, wie z.B. Pyrrolidino, Piperidino oder Morpholino,

Y_3 Niederalkyl, Hydroxy-Niederalkyl, Cyano-Niederalkyl, Carbamoyl-Niederalkyl oder Aralkyl wie Benzyl oder

Y_1 , Y_2 und Y_3 zusammen mit dem sie verbindenden Stickstoffatom einen gegebenenfalls durch Niederalkyl substituierten Pyridinring,

Q die direkte Bindung oder Sauerstoff und

$An^{\ominus}$ das Anion einer organischen oder anorganischen Säure, z.B. das Chlorid-, Bromid- oder Methosulfation bedeuten.

Niederalkyl stellt in der Regel solche Gruppen oder Gruppenbestandteile dar, die 1 bis 5, insbesondere 1 bis 3 Kohlenstoffatome aufweisen, wie z.B. Methyl, Ethyl, n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, sek.-Butyl, tert.-Butyl oder Amyl.

Besonders bevorzugte quaternäre Ammoniumverbindungen sind n-Dodecyl-oxymethyl-trimethylammoniumchlorid, n-Dodecyl-trimethylammoniumchlorid und vor allem N-Kokosyl-N,N-dimethyl-N-benzylammoniumchlorid.

Weitere kationische Tenside, sind quaternäre Polyammoniumpolymere, wie sie in den deutschen Offenlegungsschriften 2,657,582, 2,824,743, 2,840,785 und 2,857,180 beschrieben sind.

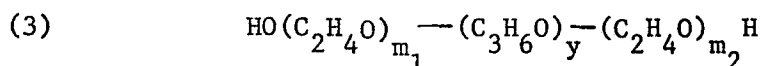
Als kationische Tenside kommen auch Amine oder Polyamine mit 2 oder mehr basischen Stickstoffatomen, vorzugsweise 2 bis 5, welche mindestens eine Polyglykoetherkette und mindestens einen lipophilen Substituenten (z.B. Alkenyl oder Alkyl je mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen) aufweisen und teilweise oder vollständig quaterniert sein können, in Betracht.

Als amphotere Tenside kommen z.B. Amine oder Polyamine mit 2 oder mehr basischen Stickstoffatomen, vorzugsweise 2 bis 5, welche mindestens eine saure, veretherte oder veresterte Polyglykoetherkette und mindestens einen lipophilen Substituenten aufweisen und teilweise oder vollständig quaterniert sein können. Unter den amphoteren Tensiden sind die sauren Monoschwefelsäureester von Umsetzungsprodukten von 1 Mol Fettamin oder Fettamingemischen wie z.B. Talgfettamin mit 2 bis 15 Mol Ethylenoxid besonders bevorzugt.

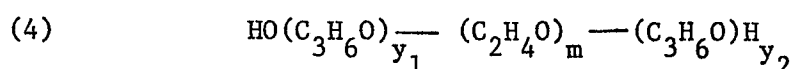
Bei den nichtionogenen Tensiden handelt es sich zweckmässig um Alkylenoxidanlagerungsprodukte von 1 bis 50 Mol Alkylenoxid, z.B. Ethylenoxid und/oder Propylenoxid, an 1 Mol eines aliphatischen Monoalkohols mit mindestens 4 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 8 bis 22 Kohlenstoffatomen, eines drei- bis sechswertigen aliphatischen Alkohols mit 3 bis 6 Kohlenstoffatomen, eines gegebenenfalls durch Alkyl oder Phenyl substituierten

- 13 -

Phenols oder einer Fettsäure mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen. Vorzugsweise werden Blockpolymere aus Ethylenoxid und Propylenoxid verwendet. Diese Blockpolymerisate entsprechen vorzugsweise den Formeln



oder



und können ein Molekulargewicht von 2000 bis 10 000 aufweisen.

Dabei beträgt der Ethylenoxidanteil ($m_1 + m_2$ bez. m) 10 bis 85 Gewichtsprozent und der Propylenoxidanteil (y bzw. $y_1 + y_2$) 15-90 Gewichtsprozent.

Von den nichtionogenen Tensiden sind die Anlagerungsprodukte von 2 bis 15 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Fettalkohol, Fettsäure je mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen oder Alkylphenole mit 4 bis 12 Kohlenstoffatomen im Alkylteil als Emulgatoren besonders bevorzugt.

Die anionischen, amphoteren und nichtionogenen Tenside werden bevorzugt in einer Menge von 0,1 bis 1 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Präparation eingesetzt, während die kationischen Tenside bis zu 15 Gew.-%, vorzugsweise jedoch bis zu höchstens 3 Gew.-% vorhanden sein können.

Gewünschtenfalls können mit oder ohne Tenside als Hilfsstoffe auch an sich unreaktive oder wenig reaktive lipophilisierte Pigmente eingesetzt werden. Beispiele für solche Pigmente sind: Talk, Titandioxid, Zinkoxid, Zinksulfid, Kreide; Tone wie Kaolin; sowie organische Pigmente, z.B. Harnstoff-Formaldehyd- oder Melamin-Formaldehyd-Kondensationsprodukte. Besonders bevorzugt sind solche Weisspigmente, die durch Beschichtung mit einem einen Aufheller enthaltenden Polymer, z.B. Polyester, lipophilisiert und gleichzeitig weissgetönt sind.

- 14 -

Die erfindungsgemässen Zubereitungen können durch einfaches Verrühren, gegebenenfalls unter leichtem Erwärmen der genannten Komponenten (a), (b) und (c) und gegebenenfalls (d), (e) und/oder Tenside hergestellt werden, wobei homogene Mischungen erhalten werden, die bei Raumtemperatur lagerstabil sind.

Die erfindungsgemässen Präparationen enthalten mit Vorteil, jeweils bezogen auf die gesamte Zubereitung,

- 2 bis 95 Gew.% vorzugsweise 20 bis 90 Gew.% der Komponente (a),
- 0,5 bis 40 Gew.% der Komponente (b),
- 0,1 bis 20 Gew.% der Komponente (c),
- 0 bis 15 Gew.%, vorzugsweise 4 bis 10 Gew.% der Komponente (d),
- 0 bis 90 Gew.%, vorzugsweise 10 bis 75 Gew.% der Komponente (e),
- 0 bis 3 Gew.% eines anionischen, kationischen, amphoteren und/oder nichtionogenen Tensides.

Die erfindungsgemässen Präparationen stellen zweckmässigerweise stabile flüssige Formulierungen dar, welche je nach Applikationsform unverdünnt oder verdünnt in Form von Lösungen, wobei als Lösungsmittel Komponenten (a) und (e) geeignet sind, angewendet werden können. Sie können auch, mit Wasser vorverschnitten, als zweiphasiges Flüssigsystem eingesetzt werden.

Wenn bei den erfindungsgemässen Präparationen als Behandlungsmittel optische Aufheller vorhanden sind, so können die neuen Formulierungen zum optischen Aufhellen der verschiedensten synthetischen, halbsynthetischen oder natürlichen organischen Fasermaterialien verwendet werden, welche als Formkörper wie Fäden, Fasern, Flocken oder Vliese vorliegen können.

Vorzugsweise eignen sich die erfindungsgemässen Präparationen zum Behandeln, insbesondere zum optischen Aufhellen von organischem Fasermaterial und vor allem von synthetischem Fasermaterial.

Als Fasermaterial, das mit den erfindungsgemässen Präparationen optisch aufgehellt werden kann, kommen z.B. Chemiefasern aus natürlichen Polymeren (i) pflanzlicher Herkunft, z.B. cellulosische Fasern wie Acetat- und Triacetatfasern und Pflanzeneiweissfasern und (ii) tierischer Herkunft, wie Tiereiweissfasern, in Frage.

Im Vordergrund stehen Chemiefasern aus synthetisch gewonnenen Polymeren wie Polykondensatfasern (Polyester-, Polyharnstoff- und Polyamidfasern), Polymerisatfasern (Polyamid-, Polyacrylnitril-, Modacryl-, Polypropylen-, Polyvinylacetal-, Polyvinylchlorid-, Polyvinylidenchlorid, Polyfluor-ethylenfasern), Polyadditionsfasern (wie Polyurethanfasern).

Insbesondere werden die erfindungsgemässen Präparationen zum optischen Aufhellen von linearen Polyesterfasern eingesetzt. Unter linearen Polyesterfasern sind dabei Synthefasern zu verstehen, die z.B. durch Kondensation von Terephthalsäure mit Ethylenglykol oder von Isophthalsäure oder Terephthalsäure mit 1,4-Bis-(hydroxymethyl)-cyclohexan erhalten werden, sowie Mischpolymere aus Terephthal- und Isophthalsäure und Ethylenglykol.

Die erfindungsgemäss zu behandelnden Substrate können in gewissen Fällen auch aus üblichen natürlichen Fasermaterialien wie z.B. aus Seide oder vor allem Wolle hergestellt sein.

Die Fasermaterialien können auch als Mischgewebe unter sich oder mit anderen Fasern, z.B. Mischungen aus Polyacrylnitril/Polyester, Polyamid/Polyester, Polyester/Wolle und bei Polyester/Baumwolle und Polyester/Viskose verwendet werden, sofern die Cellulosekomponente mengenmässig nicht überwiegt.

Das zu behandelnde Textilmaterial kann sich in verschiedenen Verarbeitungsstadien befinden. Beispielsweise kommen in Betracht: Loses Material, Strickware wie Gewirke oder Gewebe, Garn in Wickel- oder Muff-Form. Vorzugsweise werden Fertigfabrikate wie z.B. Gardinen und Leibwäsche behandelt.

Die Einsatzmengen, in denen die erfindungsgemässen Präparation den Behandlungsflotten, z.B. Aufhellflotten oder Mottenschutzformulierungen zugesetzt werden, bewegen sich zwischen 1 und 40 Gewichtsprozent, vorzugsweise 10 und 25 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gewicht des Substrates, oder zwischen 0,1 und 100 g, vorzugsweise 1 und 25 g pro Liter Behandlungsflotte.

Die Behandlungen erfolgen mit Vorteil aus wässriger Flotte nach dem Ausziehverfahren. Das Flottenverhältnis kann dementsprechend innerhalb eines weiten Bereiches gewählt werden, z.B. 1:4 bis 1:100, vorzugsweise 1:20 bis 1:70.

Je nach gewünschtem Effekt können die Behandlungsflotten noch weitere Zusätze und Hilfsstoffe, wie z.B. Bleichmittel, Oxydationsmittel, Lichtschutzmittel, Antioxydantien und/oder Appretiermittel enthalten.

Die Temperatur, bei der das Substrat erfindungsgemäss behandelt wird, liegt in der Regel im Bereich von 10 bis 96°C, vorzugsweise bei 15 bis 40°C.

Gewünschtenfalls kann die erfindungsgemässe Aufhellungsstufe mit einer Vorwäsche kombiniert werden. In diesem Falle wird das Substrat vor dem Aufhellungsvorgang mit einer wässrigen Flotte behandelt, welche ein konventionelles Waschmittel enthält, und danach sorgfältig gespült.

Man erhält nach dem erfindungsgemässen Verfahren Substrate, welche die erwünschte Ausrüstung aufweisen.

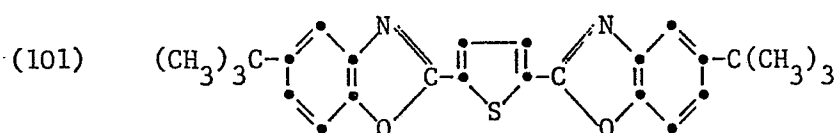
In den folengenden Beispielen beziehen sich die Prozentsätze, wenn nichts anderes angegeben, auf das Gewicht.

Beispiel 1:

Eine Polyestergardine von 2000 g wird in eine Waschmaschine gegeben und im normalen Waschgang bei 40°C mit einem Gardinenwaschmittel während 20 Minuten gewaschen und gespült. Hierauf wird die Gardine während 10 Minuten bei Raumtemperatur mit einer wässrigen Flotte (Flottenverhältnis 1:20) behandelt, welche 400 g einer Präparation (1) der Zusammensetzung

- 3 % Phthalsäuredioctylester,
- 25 % Benzoessäurebutylester,
- 25 % aliphatische Kohlenwasserstoffe Sdp. 185 - 210°C,
- 39,55 % Benzylalkohol,
- 7 % eines Mischpolymers aus Vinyltoluol/Acrylat
mit einer Erweichungstemperatur von 48,5°C
(Brechungsindex 1,558),
- 0,2 % eines Blockpolymers bestehend aus 20% Ethylenoxid
und 80% Propylenoxid und einem Molekulargewicht
von 5000

und 0,25 % eines optischen Aufhellers der Formel



enthält.

Anschliessend wird die Gardine zentrifugiert und an der Luft getrocknet. Man erhält eine reinweisse Gardine von trockenem, weichem Griff.

Werden anstelle der 2000 g Polyestergardine 4000 g eines gewaschenen, deutlich vergilbten Polyamid-6,6-Gewebes in sonst analoger Weise behandelt, so resultiert ein ausgerüstetes Gewebe mit sehr schönem permanentem Weisseffekt.

Werden die 0,2% des nichtionogenen Blockpolymers durch eine gleiche Menge einer Mischung von Calciumdodecylbenzolsulfonsäure mit Rizinusöl, ethoxi-

- 18 -

liert mit 35 Mol Ethylenoxid, ersetzt, so erhält man ebenfalls sehr egale Weisseffekte auf den Fasersubstraten.

Beispiel 2:

In 2500 ml einer wässrigen Flotte, welche 10 g einer Präparation (2) der Zusammensetzung

	4	%	Phthalsäuredibutylester,
	64,5	%	Methylethylbenzol und Trimethylbenzol,
	25	%	Benzylalkohol,
	5,5	%	eines thermoplastischen aromatischen Copolymerharzes (Smp. 120°C), und
und	0,5	%	eines durch eine Salzknetung in
	0,5	%	eines modifizierten Kolophoniumesters vordispersierten α -Kupferphthalocyanins

enthält, werden 50 g eines Gardinengewebes aus Polyesterfasern während 5 Minuten bei Raumtemperatur umgezogen. Danach wird die Gardine mit Wasser gespült und getrocknet. Man erhält eine egale Blaupigmentierung des Gewebes.

Beispiel 3:

In 250 ml einer wässrigen Flotte, welche 1 g einer Präparation (3) der Zusammensetzung

	71	%	Isobutanol,
	25,85	%	Toluol,
	1,5	%	eines Kondensationsharzes aus Cyclohexanon und Formaldehyd,
	1,5	%	eines Terpolymers, bestehend aus 80-77% Vinylacetal, 2% Vinylacetat und 18-21% Vinylalkohol
und	0,15	%	eines optischen Aufhellers der Formel (101)

enthält, werden 5 g einer Polyestergardine während 5 bis 10 Minuten bei Raumtemperatur umgezogen. Alsdann wird die Gardine gespült und getrocknet. Das ursprünglich vergilbte Textil ist deutlich weisser und weist eine gute Appretur auf.

Beispiel 4:

Verfährt man wie in Beispiel 3 beschrieben, verwendet jedoch anstelle der Präparation (3) gleiche Mengen einer Präparation (4) der Zusammensetzung

20 % Cyclohexanon,
24,5 % Benzylalkohol,
35,5 % Xylol,
10,5 % Ethylglykolacetat,
9 % eines Terephthalsäure-Mischpolyesters auf Basis von
Terephthalsäure und aliphatischen Diolen von einem
mittleren Molekulargewicht von 18 - 20 000
und 0,5 % eines optischen Aufhellers der Formel (101),

so erhält man eine im Weisston deutlich verbesserte Gardine mit vollem Weichgriff.

Anstelle der Polyestergardine können in gleicher Weise und mit gleichem Erfolg andere Gewirke sowie auch Gewebe aus Polyamid oder Polyacrylnitril optisch aufgehellt werden.

Beispiel 5:

Verfährt man wie in Beispiel 3 beschrieben, verwendet jedoch anstelle der Präparation (3) gleiche Menge einer Präparation (5) der Zusammensetzung

12,25% Benzylalkohol,
55,0 % Methylisobutylketon,
20,0 % Methylethylbenzol und Trimethylbenzol,
10,0 % eines mittelharten Polymerisates auf Basis von Butyl-
methacrylat,
2,5 % N-Kokosyl-N,N-dimethyl-N-benzyl-ammoniumchlorid,
0,25% eines optischen Aufhellers der Formel (101),

oder einer Präparation (6) der Zusammensetzung

12,25% Benzylalkohol,
55,0 % Methylisobutylketon
20,0% aliphatische Kohlenwasserstoffe Sdp. 185-210°C,

10,0 % eines Mischpolymerisates aus Vinyltoluol/Acrylat mit einer Erweichungstemperatur von 48,5°C (Brechungsindex 1,558),

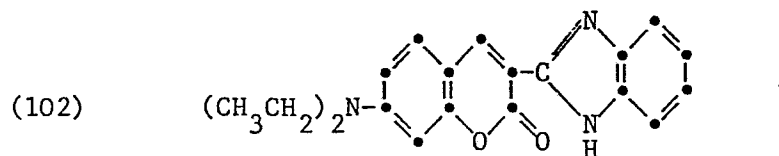
2,5 % N-Kokosyl-N,N-dimethyl-N-benzyl-ammoniumchlorid,

0,25% eines optischen Aufhellers der Formel (101),

so erhält man ebenfalls eine im Weisston deutlich verbesserte Gardine mit vollem Weichgriff.

Beispiel 6:

In einem Färbeapparat werden 100 g Gewirk aus Polyester, vorgefärbt mit 0,1% eines Dispersionsfarbstoffes der Formel



bei Raumtemperatur mit einer wässrigen Flotte (Verhältnis 1:40) behandelt, welche 900 ml einer Präparation (7) der Zusammensetzung

45 % Benzylalkohol,

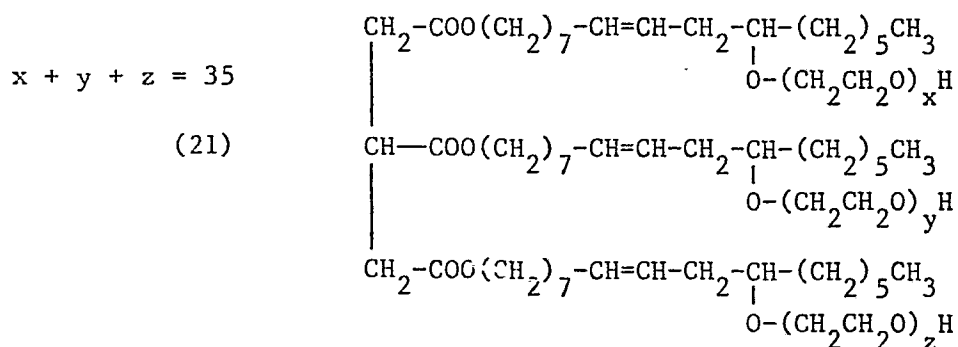
42,1 % Methylethylbenzol und Trimethylbenzol,

6 % eines 50/50 Copolymers aus n-Butyl-Isobutylmethacrylat,

4 % eines Polyesterweichmachers,

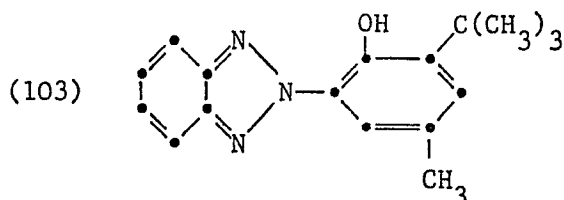
0,2 % eines Calciumdodecylbenzolsulfonates,

0,2 % eines Emulgators der Formel



und

2,5 % eines UV-Absorbers der Formel



enthält. Anschliessend wird das Textilgut geschleudert und getrocknet. Man erhält nach dieser Behandlung ein gelbgefärbtes Gewirke, dessen Fluoreszenz am UV-Licht zurückgedämmt ist. Die Lichtechtheit der Färbung ist deutlich verbessert.

Beispiel 7:

In einer Haushaltswaschmaschine werden 2500 g Kleidungsstücke aus Wolle wie üblich gewaschen. Alsdann werden anstelle eines Weichspülers 500 g einer Präparation (8) der Zusammensetzung

- 42 % Methylethylbenzol und Trimethylbenzol,
- 28,6 % Ethylenglykolmonoethylether,
- 5 % eines 50/50-Copolymeren aus n-Butyl/Isobutylmethacrylat,
- 4 % eines Polyesterweichmachers,
- 0,2 % eines Calciumdodecylbenzolsulfonates (65%),
- 0,2 % eines Emulgators der Formel (21)

und 20 % 2,4,4'-Trichlor-2'-hydroxydiphenylether

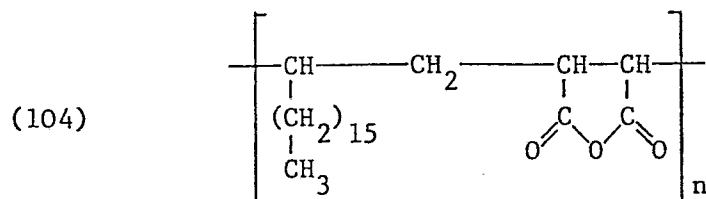
zugesezt, worauf die vorgewaschene Wolle 10 Minuten bei Raumtemperatur behandelt wird. Nach dem Schleudern und Trocknen erhält man ein gut entkeimtes Waschgut. (Prüfung im Hemmzonen-Test nach ATCC 6538).

Beispiel 8:

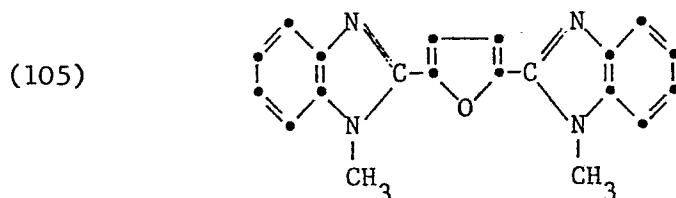
Eine Polyestergardine von 1000 g wird wie in Beispiel 1 beschrieben gewaschen und gespült. Alsdann wird die Gardine während 10 Minuten bei Raumtemperatur mit einer wässrigen Flotte behandelt (Flottenverhältnis 1 : 20), welche 200 g einer Präparation (9), bestehend aus

- 22 -

- 3 % Phthalsäuredibutylester,
 40,8 % Benzylalkohol,
 49 % Benzoessäurebutylester,
 7 % eines Polyanhydrid-Harzes der Formel



und 0,2 % eines optischen Aufhellers der Formel



enthält. Anschliessend wird die Gardine zentrifugiert und getrocknet. Man erhält einen sehr guten Weisseffekt im Vergleich zu einer nur gewaschenen Gardine. Der auf die Fasern aufgebrachte, fluoreszierende Film ist durch eine alkalische Wäsche vollständig entfernbare.

Beispiel 9:

Eine Polyestergardine von 1000 g wird in eine Waschmaschine gegeben und im normalen Waschgang bei 40°C mit einem Gardinenwaschmittel während 20 Minuten gewaschen und gespült. Hierauf wird die Gardine während 10 Minuten bei Raumtemperatur mit einer wässrigen Flotte (Flottenverhältnis 1:60) behandelt, welche 200 g einer Präparation (10) der Zusammensetzung

- 42% Methylethylbenzol und Trimethylbenzol
 42,35% Adipinsäurediethylester
 8,5% Stearinsäure
 6,5% eines Mischpolymers aus Vinyltoluol/Acrylat mit einer Erweichungstemperatur von 48,5°C (Brechungsindex 1,558)
 0,3% eines Blockpolymers bestehend aus 20% Ethylenoxid und

- 23 -

80% Propylenoxid und einem Molekulargewicht von 5000 und 0,35% eines optischen Aufhellers der Formel (101) enthält.

Anschliessend wird die Gardine zentrifugiert und an der Luft getrocknet. Man erhält eine reinweisse Gardine. Die aufgebrachte sehr stark blau fluoreszierende Beschichtung lässt sich in einem alkalischen Waschgang wieder vollständig entfernen.

Werden anstelle der Stearinsäure gleiche Gewichtsteile Laurinsäure, Behensäure oder Palmitinsäure eingesetzt, so erhält man auch gute waschbare Weissgardinen.

Beispiel 10: Verfährt man wie in Beispiel 9 beschrieben, verwendet jedoch anstelle der Präparation (10) gleiche Mengen einer der folgenden Präparationen (11) bis (16), so erhält man ebenfalls Gardinen mit ausgezeichneten und sehr gut abwaschbaren Weissausrüstungen. Die Präparationen (11) bis (16) weisen folgende Zusammensetzungen auf.

Präparation (11)

42% Methylethylbenzol und Trimethylbenzol
42,45% Adipinsäurediethylester
6,5% Phthalsäuremonobehenylester
8,5% eines Mischpolymers aus Vinyltoluol/Acrylat mit einer Erweichungstemperatur von 48,5°C (Brechungsindex 1,558)
0,3% eines Blockpolymers bestehend aus 20% Ethylenoxid und 80% Propylenoxid und einem Molekulargewicht von 5000 und
0,25% eines optischen Aufhellers der Formel (101)

Präparation (12)

50,35% Adipinsäuredimethylester
34% Methylethylbenzol und Trimethylbenzol

- 24 -

- 6% eines Kondensationsharzes aus Cyclohexanon und Formaldehyd
- 7% Stearinsäure
- 2% Monoester aus Phthalsäure und C_8-C_{10} -Fettalkohol
- 0,3% eines Blockpolymers bestehend aus 20% Ethylenoxid und 80% Propylenoxid und einem Molekulargewicht von 5000 und
- 0,35% eines optischen Aufhellers der Formel (101)

Präparation (13)

- 42,7% Essigsäurebenzylester
- 41,7% Benzylalkohol
- 11,0% eines 50/50 Copolymers aus n-Butyl-Isobutylmethacrylat
- 4% Monoester aus Phthalsäure und $C_{10}-C_{14}$ -Fettalkohol
- 0,2% eines Blockpolymers bestehend aus 20% Ethylenoxid und 80% Propylenoxid und einem Molekulargewicht von 5000 und
- 0,4% eines optischen Aufhellers der Formel (101)

Präparation (14)

- 39,3% Adipinsäuredimethylester
- 33,0% aliphatische Kohlenwasserstoffe, Sdp. 185-210°C
- 12,0% Benzoessäurebutylester
- 7,0% eines thermoplastischen aromatischen Copolymerharzes (Smp. 120°C)
- 3,0% Phthalsäuremonobenzylolester
- 5,0% Laurinsäure
- 0,3% eines Blockpolymers bestehend aus 20% Ethylenoxid und 80% Propylenoxid und einem Molekulargewicht von 5000 und
- 0,4% eines optischen Aufhellers der Formel (101)

Preparation (15)

- 27,4% Benzylalkohol
- 26,9% Essigsäurebenzylester
- 26,9% aliphatische Kohlenwasserstoffe Sdp. 185-210°C
- 3,2% Oleylalkohol

- 15,0% Monoester aus Phthalsäure und C₁₀-C₁₄-Fettalkohol
 0,2% eines Blockpolymeren bestehend aus 20% Ethylenoxid und 80%
 Propylenoxid und einem Molekulargewicht von 5000 und
 0,4% eines optischen Aufhellers der Formel (101),

Präparation (16)

- 58,0 % Methylethylbenzol und Trimethylbenzol
 26,25% Adipinsäurediethylester
 7,5 % Stearinsäure
 2,0 % Phthalsäuremonobenzylolester
 5,5 % eines Mischpolymerisates aus Vinyltoluol/Acrylat mit einer
 Erweichungstemperatur von 48,5°C (Brechungsindex 1,558)
 0,5 % N-Kokosyl-N,N-dimethyl-N-benzyl-ammoniumchlorid
 0,25% eines optischen Aufhellers der Formel (101)

Beispiel 11:

Ein vorgernetztes Wollgewebe von 50 g Trockengewicht wird bei 20°C während 60 Sekunden durch 250 g einer wässrigen Flotte gezogen, welche mit Essigsäure auf einen pH-Wert von 5 eingestellt worden ist und in der 10 g einer Präparation (17) der Zusammensetzung

46,6 %	Adipinsäurediethylester
46,1 %	Methylethylbenzol und Trimethylbenzol
6 %	eines Mischpolymerisates aus Vinyltoluol/Acrylat mit einer Erweichungstemperatur von 48,5°C (Brechungsindex 1,558)
1,5 %	Phthalsäuredioctylester
0,05 %	Permethrin (=3-(2',2'-Dichlorovinyl)-2,2-dimethylcyclopropan-carbonsäure-3"-phenoxybenzylester)
0,05 %	5-(3,4-Dichlorphenyl)carbamoyl-1,3-dimethylbarbitursäure und

- 26 -

0,3 % eines Blockpolymerisates bestehend aus
 20 % Ethylenoxid und 80 % Propylenoxid und
 mit einem Molekulargewicht von 5000

voremulgiert worden sind. Hierauf wird das Wollgewebe zwischen Metallwalzen abgequetscht und bei 70-80°C getrocknet.

Nach dieser Behandlung ist das Bad vollständig ausgezogen. Das behandelte Wollgewebe ist mit je 95-100 ppm Pyrethroid und Barbiturat waschecht ausgerüstet und gegen keratinfressende Larven, insbesondere Larven der Kleidermotte (*Tineola binelliella*) der Pelzmotte (*Tinea pellionella*) des Pelzkäfers (*Attagenus piceus*) und des Teppichkäfers (*Anthrenus vorax*) vollständig geschützt.

Beispiel 12:

Verfährt man wie in Beispiel 11 beschrieben, verwendet jedoch anstelle der Präparation (17) gleiche Menge einer Präparation (18) der Zusammensetzung

31,8	%	Benzylalkohol
63,0	%	Methylethylbenzol und Trimethylbenzol
5,0	%	eines Polyaminoamids aus di- und trimeren Fettsäuren und einem Polyamin, z.B. Triäthylentetraamin
0,05	%	Cypermethrin (=3-(2',2'-Dichlorovinyl)-2,2-dimethylcyclopropan-carbonsäure-3"-phenoxy- α -cyano-benzylester)
0,05	%	5-(3,4-Dichlorphenyl)carbamoyl-1,3-dimethylbarbitursäure und
0,10	%	eines Blockpolymerisates aus 20 % Ethylenoxid und 80 % Propylenoxid und mit einem Molekulargewicht von 5000,

so erhält man ebenfalls ein Wollgewebe, das gegen Motten- und Käfer-

larvenfrass geschützt ist.

Beispiel 13:

Eine Polyestergardine von 800 g wird während 15 Minuten in einem Waschbehälter mit einer wässrigen Flotte behandelt, welche 150 g einer Präparation (19) der Zusammensetzung

3 %	Phthalsäuredioctylester,
10 %	3,5,5-Trimethylhexanol,
20 %	einer 50 %igen Ethylacetatlösung eines Vinylacetat/Vinyllaurat- Harzes,
15 %	eines Harnstoff/Formaldehyd-Harzes,
0,25 %	eines optischen Aufhellers der Formel (101), und
6 %	N-Kokosyl-N,N-dimethyl-N-benzyl- ammoniumchlorid
45,75 %	Ethylenglykolmonoethylether

enthält. Die Behandlung erfolgt unter Rühren bei Raumtemperatur. Anschliessend wird die Gardine gespült und getrocknet. Die Gardine ist sehr gut aufgehellt und hat einen trockenen, leichtversteiften Griff.

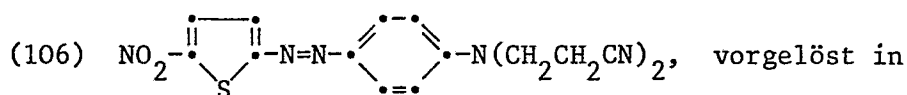
Beispiel 14:

Eine Polyestergardine von 500 g Gewicht wird wie in Beispiel 13 beschrieben, gewaschen und gespült. Alsdann wird die Gardine während 10 Minuten bei Raumtemperatur mit einer wässrigen Flotte behandelt (Flottenverhältnis 1:60), welche 100 g einer Präparation (20), bestehend aus

4 %	Phthalsäuredioctylester,
5,5 %	Polyterpenharz mit einem Schmelzpunkt von 120°C,

- 28 -

0,5 %	eines optischen Aufhellers der Formel (101),
1 %	N-Kokosyl-N,N-dimethyl-N-benzyl-ammoniumchlorid
64 %	Methylethylbenzol und Trimethylbenzol,
24 %	Benzylalkohol und
0,001 %	eines Farbstoffes der Formel

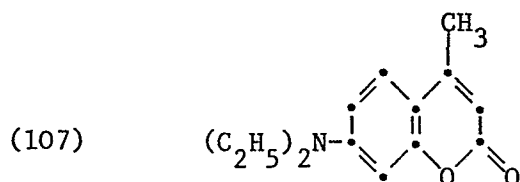


0,999 % N-Methylpyrrolidon, enthält.

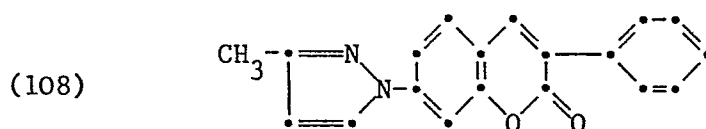
Anschliessend wird die Gardine zentrifugiert und an der Luft getrocknet. Man erhält eine Gardine mit einem verbesserten Weisseffekt im Vergleich zu einer nur gewaschenen Gardine.

Beispiel 15:

Verfährt man wie im Beispiel 14 beschrieben, verwendet jedoch anstelle der Präparation (20) jeweils 100 g einer Präparation (21) oder (22), die anstelle des optischen Aufhellers der Formel (101) 0,5 % eines optischen Aufhellers der Formel



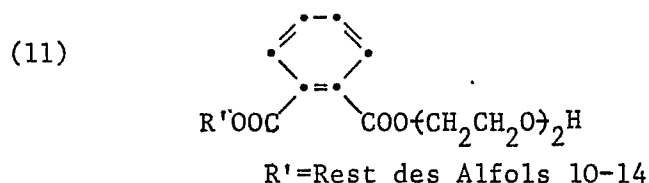
bzw. 0,5 % eines optischen Aufhellers der Formel



enthält, so erhält man Gardinen mit ähnlich guten Aufhelleffekten.

Beispiel 16:

Verfährt man wie in Beispiel 14 beschrieben, verwendet jedoch anstelle der Präparation (20) 100 g einer Präparation (23), die anstelle von Phthalsäuredioctylester 4 % eines Phthalsäuremischesters der Formel



enthält, so erhält man eine Gardine mit einem ausgezeichnet Aufhell-effekt und einem trockenen Griff.

Beispiel 17:

In 200 ml einer wässrigen Flotte, welche 1 g einer Präparation (24) der Zusammensetzung:

2,5 %	eines Phthalsäuremischesters der Formel (11),
5 %	eines thermoplastischen Acrylester- harzes,
0,8 %	eines optischen Aufhellers der Formel (101),
1 %	N-Kokosyl-N,N-dimethyl-N-benzyl- ammoniumchlorid
39,2 %	Benzylalkohol,
26,5 %	Propylencarbonat und
25 %	Toluol

enthält, werden 5 g Polyamid-6,6-Gewebe während 10 Minuten bei Raumtemperatur umgezogen. Nach dieser Behandlung wird das Gewebe gespült, abgeschleudert und getrocknet. Es resultiert ein Gewebe mit einer Verbesserung des Weisstones und einem vollen trockenen Griff.

Werden anstelle von Polyamid-6,6-Gewebe eine gleiche Menge an Polyacrylnitrilgewebe oder Polyestergewebe in analoger Weise behandelt, so resultieren ebenfalls deutlich verbesserte Weisseffekte.

Beispiel 18:

Eine Polyestergardine von 1000 g wird in eine Waschmaschine gegeben und im normalen Waschgang bei 40°C mit einem Gardinenwaschmittel während 20 Minuten gewaschen und gespült. Hierauf wird die Gardine während 5-10 Minuten bei Raumtemperatur mit einer wässrigen Flotte (Flottenverhältnis 1:60) behandelt, welche 200 g einer Präparation (25) der Zusammensetzung

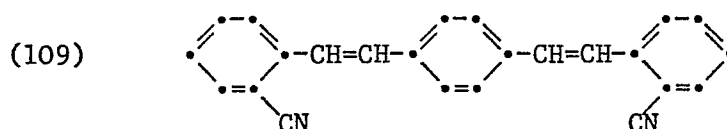
38,2	%	aliphatische Kohlenwasserstoffe, Siedepunkt 185-212°C
38,2	%	Adipinsäurediethylester
7,55	%	Stearinsäure
5,8	%	eines Mischpolymers aus Vinyltoluol/Acrylat mit einer Erweichungstemperatur von 48,5°C (Brechungsindex 1,558)
0,25	%	eines Blockpolymerisates, bestehend aus 20 % Ethylenoxid und 80 % Propylenoxid und mit einem Molekulargewicht von 5000 und
10	%	eines feinstteiligen, mit Polyester beschich- teten und mit optischen Aufhellern behandelten Weisspigmentes, das am UV-Licht fluoresziert,

enthält.

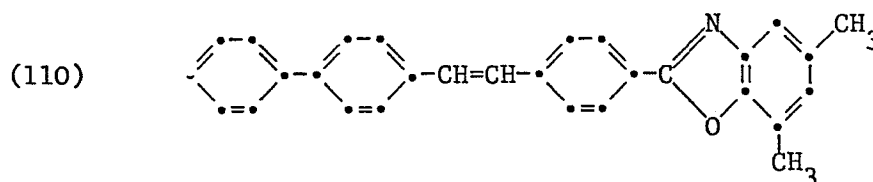
Anschliessend wird die behandelte Gardine gespült und an der Luft getrocknet. Man erhält eine reinweisse Gardine.

Das in diesem Beispiel verwendete Weisspigment wird folgendermassen hergestellt.

3 Teile Titanweiss und 47 Teile Polyester (Polyethylenglykolteterephthalat) werden in 650 Teilen γ -Butyrolacton in einem Druckgefäss unter Rühren und unter Inertgasatmosphäre während 20 Minuten bei 190-195°C gelöst und anschliessend langsam auf Raumtemperatur abkühlen gelassen, wobei der Polyester unter Mitreissen des Titandioxidpigmentes in Form eines feinen, geflockten Niederschlages anfällt (Primärteilchengrösse 1-2 Mikron). Das ausgeschiedene Produkt wird abfiltriert und in einer wässerigen Flotte, die bezogen auf das mit Polyester beschichtete Weisspigment 0,07 % von zwei optischen Aufhellern der Formeln



und

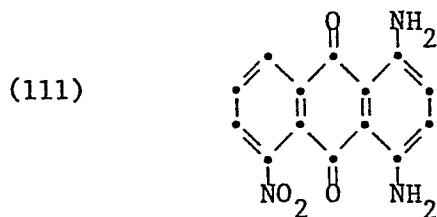


feinst dispergiert enthält, bei einem Flottenverhältnis 1:20 während 30 Minuten bei 130°C behandelt. Das so behandelte Weisspigment wird anschliessend abfiltriert, gespült und getrocknet. Das resultierende, mit Polyester beschichtete Titanweiss fluoresziert am UV-Licht blauviolett.

Anstelle von Titandioxid können auch andere feinstteilige Weisspigmente wie z.B. Bariumsulfat, Magnesiumoxid, Zinkoxid, Zinksulfid, Aluminiumhydroxid, Calciumcarbonat oder Harnstoff-Formaldehyd-Kondensate z.B. mit einer BET-Oberfläche von 3 bis 75 m²/g, vorzugsweise 5 bis 25 m²/g auf gleiche Art und Weise mit Polyester beschichtet und anschliessend mit demselben Aufhellergemisch nachbehandelt werden. Auch derartige fluoreszierende lipophile Weissstöner lassen sich in die Präparation (25) einarbeiten und auf Gardinen mit Erfolg applizieren.

Beispiel 19:

Werden der im Beispiel 18 beschriebenen Präparation (23) zusätzlich noch 0,35 % eines optischen Aufhellers der Formel (101) und 0,002 % eines violetten Nuancierfarbstoffes der Formel



eingesührt und während 30 Minuten bis zur vollständigen Auflösung bei 70°C gehalten, so resultiert nach Abkühlen eine weitere Präparation (26) die auf gleiche Weise wie in Beispiel 18 beschrieben auf eine gewaschene Polyestergardine appliziert wird. Man erhält eine Gardine mit noch gesteigerten Weisseffekten. Die auf die Gardine aufgebrachte, am UV-Licht stark blau fluoreszierende Beschichtung lässt sich in einem alkalischen Waschgang wieder vollständig entfernen.

Patentansprüche

1. Stabile Präparation eines Behandlungsmittels für textile Substrate, dadurch gekennzeichnet, dass sie mindestens

(a) ein in Wasser schwer- bis unlösliches organisches Lösungsmittel, in dem Komponente (b) gelöst und Komponente (c) gelöst oder dispergiert sind,

(b) ein in Wasser schwer- bis unlösliches Trägermedium für die Komponente (c),

(c) ein in Wasser schwer- bis unlösliches Behandlungsmittel, das in Trägermedium (b) löslich oder dispergierbar ist,

enthält.

2. Präparation gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie zusätzlich als Komponente (d) eine feste in Wasser schwerlösliche Carbonsäure enthält.

3. Präparation gemäss einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass sie zusätzlich als Komponente (e) ein polares organisches Lösungsmittel und gegebenenfalls weitere Zusatz- oder Hilfsstoffe enthält.

4. Präparation gemäss einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass als Komponente (a) Benzylalkohol, Phenoxyethanol, Cyclohexanon, Propylencarbonat, Methylisobutylketon, Essigsäureester, Malonsäurediester, Adipinsäureester, Benzoesäureester, aliphatische Kohlenwasserstoffe (Flammpunkt über 50°C), Alkylbenzole oder deren Gemische vorhanden sind.

5. Präparation gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass als Komponente (a) Benzylalkohol, Phenoxyethanol,

Propylencarbonat, Malonsäurediester, Benzoesäureester, Essigsäureester, Adipinsäuredimethylester, Adipinsäurediethylester, aliphatische Kohlenwasserstoffe (Flammpunkt über 50°C), Methylbenzol, Trimethylbenzol, Ethylbenzol oder deren Gemische vorhanden sind.

6. Präparation gemäss einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Trägermedium (b) fest und lipophil ist.

7. Präparation gemäss einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (c) im Trägermedium (b) und dieses in Lösungsmittel (a) gelöst sind.

8. Präparation gemäss einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass das Trägermedium (b) ein organolösliches Kunstharz oder Polymer ist.

9. Präparation gemäss einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass das Trägermedium (b) ein Phthalsäuremonoester eines Fettalkohols mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen ist.

10. Präparation gemäss einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass das Trägermedium (b) ein Phthalsäurediester ist, wobei sich die Esteranteile von Alkanolen mit 1 bis 9 Kohlenstoffatomen ableiten.

11. Präparation gemäss einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass das Trägermedium (b) ein gemischtes Phthalsäurediester ist, wobei sich ein Esteranteil von einem Fettalkohol von 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und der andere Esteranteil von einem Alkylenglykol oder Alkylenglykolmonoalkylether ableiten.

12. Präparation gemäss einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass das Behandlungsmittel (c) ein optischer Aufheller, Farbstoff, Pigment, Antistatikum, Antimikrobikum, Geruchsstoff, Gerbstoff, UV-Absorber, Mottenschutzmittel, Hydrophobiermittel, Weich-

griffmittel, Weichmacher, schmutzabweisendes Mittel oder eine Mischung dieser Mittel ist.

13. Präparation gemäss Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass das Behandlungsmittel ein in Wasser schwerlöslicher optischer Aufheller ist.

14. Präparation gemäss Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass der optische Aufheller in Kombination mit einem Nuancierfarbstoff vorhanden ist.

15. Präparation gemäss Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass das Behandlungsmittel ein in Wasser schwerlösliches Antimikrobikum ist.

16. Präparation gemäss Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass das Behandlungsmittel ein in Wasser schwer lösliches Mottenschutzmittel ist.

17. Präparation gemäss einem der Ansprüche 2 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (d) eine Fettsäure mit 8 bis 24, vorzugsweise 12 bis 22 Kohlenstoffatomen ist.

18. Präparation gemäss einem der Ansprüche 2 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass sie mindestens

(Aa) ein in Wasser schwerlösliches bis unlösliches organisches Lösungsmittel mit Flammpunkt über 50°C,

(Bb) ein organolösliches Kunstharz, einen Phthalsäuremono- oder -diester oder ein Gemisch davon,

(Cc) einen in Wasser schwerlöslichen optischen Aufheller und gegebenenfalls

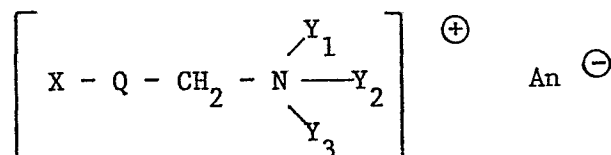
(Dd) eine Fettsäure mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen enthält.

19. Präparation gemäss einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass sie zusätzlich ein anionisches, kationisches, amphoterer oder nichtionogenes Tensid enthält.

- 36 -

20. Präparation gemäss Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, dass sie ein kationisches Tensid enthält.

21. Präparation gemäss Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, dass das Kationtensid eine quaternäre Ammoniumverbindung der Formel



worin X einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen oder einen cycloaliphatischen Rest von 5 bis 12 Kohlenstoffatomen,

Y_1 und Y_2 Niederalkyl oder zusammen mit dem sie verbindenden Stickstoffatom einen fünf- oder sechsgliedrigen gesättigten heterocyclischen Rest

Y_3 Niederalkyl, Hydroxy-Niederalkyl, Cyano-Niederalkyl, Carbamoyl-Niederalkyl oder Aralkyl oder

Y_1 , Y_2 und Y_3 zusammen mit dem sie verbindenden Stickstoffatom einen gegebenenfalls durch Niederalkyl substituierten Pyridinring,

Q die direkte Bindung oder Sauerstoff und

An[⊖] das Anion einer organischen oder anorganischen Säure bedeuten.

22. Präparation gemäss Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, dass sie als nichtionogenes Tensid ein Blockpolymerisat aus Ethylenoxid und Propylenoxid enthält.

23. Präparation gemäss einem der Ansprüche 1 bis 22, dadurch gekennzeichnet, dass sie, bezogen auf die gesamte Präparation,

- 20 bis 90 Gew.-% der Komponente (a),
- 0,5 bis 40 Gew.-% der Komponente (b),
- 0,1 bis 20 Gew.-% der Komponente (c),
- 0 bis 15 Gew.-% der Komponente (d),
- 0 bis 90 Gew.-% der Komponente (e),
- 0 bis 3 Gew.-% eines anionischen, kationischen,

- 37 -

amphoteren und/oder nichtionogenen Tensides,
enthält.

24. Verfahren zum Behandeln eines textilen Substrates, dadurch gekennzeichnet, dass man eine Präparation, wie sie in einem der Ansprüche 1 bis 23 definiert ist, auf das Substrat aufbringt.

25. Verfahren gemäss Anspruch 24, dadurch gekennzeichnet, dass man eine optische Aufheller enthaltende Präparation verwendet zum optischen Aufhellen von synthetischen, halbsynthetischen oder natürlichen organischen Fasermaterialien.

26. Verfahren gemäss Anspruch 25, dadurch gekennzeichnet, dass man synthetisches Fasermaterial optisch aufhellt.

27. Verfahren gemäss Anspruch 26, dadurch gekennzeichnet, dass man Polyesterfasermaterial, vorzugsweise Fertigfabrikate und insbesondere Gardinen, optisch aufhellt.

28. Verfahren gemäss Anspruch 24, dadurch gekennzeichnet, dass man Wolltextilien mit einer Mottenschutzpräparation behandelt.

29. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 24 bis 28, dadurch gekennzeichnet, dass man die Präparation in wässrigem Medium auf das Substrat aufbringt.

30. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 24 bis 29, dadurch gekennzeichnet, dass man die Präparation in einer Menge von 1 bis 40 Gewichtsprozent, bezogen auf das Substrat, oder von 0,1 bis 100 g pro Liter Behandlungsflotte verwendet.

31. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 24 bis 30, dadurch gekennzeichnet, dass man die Behandlung des Substrates bei einer Temperatur von 10 bis 96°C, vorzugsweise 15 bis 40°C durchführt.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0058637

Nummer der Anmeldung

EP 82 81 0054

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. ³)
X	US-A-3 203 753 (E.C. SHERBORNE) * Insbesondere Beispiele IV, V und VI auf Spalte 5, Tabelle 1 und Zeilen 23-33 *. ---	1,3,4, 5,7,12 ,24	D 06 L 3/12 C 09 B 67/00 D 06 P 1/00
X	CHEMICAL ABSTRACTS, Band 91, Nr. 8, August 1979, Seite 82, Nr. 58637h, Columbus, Ohio, USA & SU - A - 666 227 (V.S. IVONIN et al.) 08-06-1979 * Zusammenfassung *	1,3,7, 12,24	
A	FR-A-2 079 166 (SANDOZ) * Anspruch 1; Seite 2, Zeilen 22-34; Seite 3, Zeilen 16-21 * & CH - A - 528 632 ---	1,3,6, 8,24	
A	FR-A-2 360 645 (BAYER) * Anspruch 1 * & DE - A - 2 732 710 ---	1	
A	CH-A- 577 548 (CIBA-GEIGY) * Anspruch; Spalte 3, Zeilen 8-22 * ---	1	
A	FR-A-2 333 076 (CIBA-GEIGY) * Anspruch 1 * & DE - A - 2 653 599 -----	1	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 26-05-1982	Prüfer GINESTET M.E.J.
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			