

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 321 393 B1**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag der Patentschrift: **17.02.93**

(51) Int. Cl.⁵: **D06L 3/12**

(21) Anmeldenummer: **88810793.5**

(22) Anmeldetag: **18.11.88**

(54) **Aufhellerdispersion.**

(30) Priorität: **27.11.87 CH 4631/87**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
21.06.89 Patentblatt 89/25

(45) Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung:
17.02.93 Patentblatt 93/07

(84) Benannte Vertragsstaaten:
CH DE ES FR GB LI

(56) Entgegenhaltungen:
CH-A- 597 336
GB-A- 1 051 814
GB-A- 2 018 844
US-A- 3 575 866

(73) Patentinhaber: **CIBA-GEIGY AG**
Klybeckstrasse 141
CH-4002 Basel(CH)

(72) Erfinder: **Fringeli, Werner, Dr.**
In den Kurzen 2
CH-4242 Laufen(CH)
Erfinder: **Jöllenbeck, Martin, Dr.**
Südstrasse 20
W-5650 Solingen 11(DE)

EP 0 321 393 B1

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

Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine stabile Aufhellerdispersion und deren Herstellung sowie deren Verwendung zum optischen Aufhellen von textilen Fasermaterialien, insbesondere Polyestermaterialien.

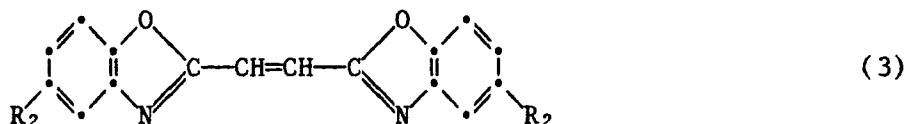
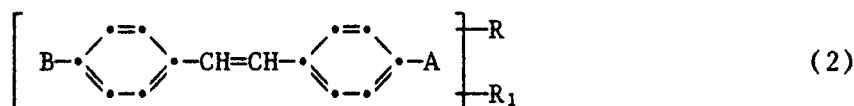
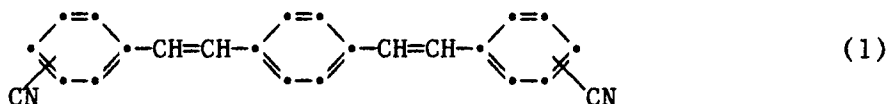
Wässrige Dispersionen von wasserunlöslichen oder schwerlöslichen optischen Aufhellern sind bekannt (DE-B-2745872, DE-A-2816746). Nachteile dieser Aufhellerdispersionen sind u.a. ihre geringe Lagerstabilität sowie ihre geringe Aufhellwirkung bei Temperaturen von 160-190 °C im Klotz-Thermosolverfahren.

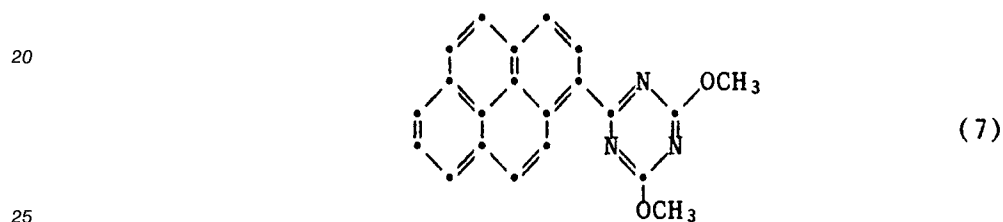
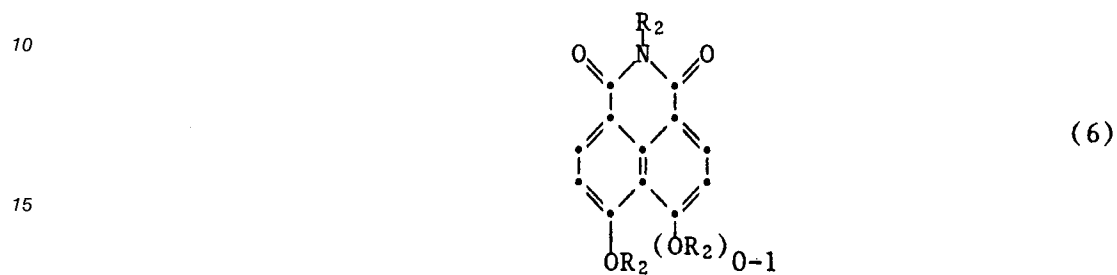
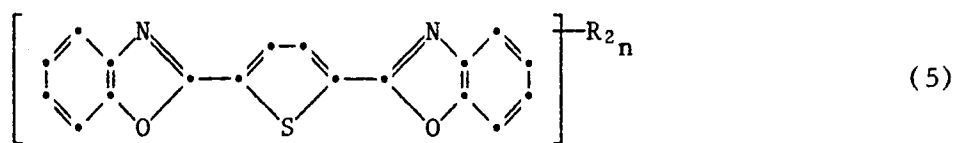
Es wurde nun gefunden, dass der Zusatz spezifischer synthetischer Copolymerisate diese Nachteile überraschenderweise aufhebt. Die neuen Aufhellerdispersionen sind bei Temperaturen bis 40 °C mehrere Monate stabil und zeigen, nach der Applikation mittels eines Klotz-Thermosolverfahrens, einen höheren Weissgrad auf Polyesterfasermaterial als bekannte Aufhellerdispersionen und zwar trotz der Verwendung von gleichen Aufhellern mit gleichen Wirkstoffkonzentrationen.

Gegenstand der Erfindung sind somit neue stabile, wässrige Aufhellerdispersionen enthaltend mindestens einen wasserunlöslichen oder schwerlöslichen optischen Aufheller, mindestens ein anionisches, kationisches und/oder nichtionogenes Dispergiermittel sowie gegebenenfalls weitere Hilfsmittel, dadurch gekennzeichnet, dass die Dispersion zusätzlich ein Copolymerisat von 1-Vinyl-2-pyrrolidon mit 3-Vinylpropionsäure enthält.

Vorzugsweise enthält die erfindungsgemässe Dispersion 4-20 % wasserunlöslichen bis in Wasser schwer löslichen optischen Aufheller, 2-20 % Dispergiermittel, 1-15 % Copolymerisat von 1-Vinyl-2-pyrrolidon mit 3-Vinylpropionsäure sowie 0,1-25 % weitere Hilfsmittel. Von besonderem Interesse sind Dispersionen die 8-15 % Aufheller, 2-10 % Dispergiermittel, 2-10 % Copolymerisat von 1-Vinyl-2-pyrrolidon mit 3-Vinylpropionsäure und 0,1-20 % weitere Hilfsmittel enthalten. Die %-Angaben beziehen sich hier und im folgenden auf Gewichtsprozente.

Bei den wasserunlöslichen oder schwerlöslichen optischen Aufhellern handelt es sich um Verbindungen oder Mischungen von Verbindungen z.B. aus der Klasse der Stilbene, Distyryl-benzole, Diphenyl-distyryle, Triazinyle, Benzoxazole, Bis-benzoxazole, Bis-benzoxazolylnaphthalene, Pyrene, Cumarine und Naphthalin-peri-dicarbonsäureimide. Bevorzugte Verbindungen entsprechen der Formel:





worin

- 30 A = 2-Benzoxazolyl, -CH = CH-CN, -CH = CH-COOR₂, -COOR₂ oder Halogen,
 B = Phenyl falls A 2-Benzoxazolyl,
 B = -CH = CH-CN falls A -CH = CH-CN,
 B = -CH = CH-COOR₂ falls A -CH = CH-COOR₂,
 B = 2-Benzoxazolyl falls A -COOR₂,
 B = Naphthalin-triazolyl falls A Halogen oder -COOR₂,
 35 B = 1,2,4-Oxadiazol falls A 2-Benzoxazolyl
 und
 R = H, C₁-C₄-Alkyl
 R₁ = H, C₁-C₄-Alkyl und CN
 R₂ = C₁-C₄-Alkyl
 40 R₅ = C₁-C₄-Alkyl oder Phenyl
 X = C, N
 Y = Phenyl oder ein Rest der Formel

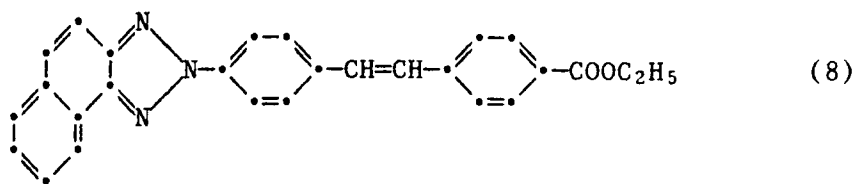


50 und
 n = 0-2
 bedeutet.

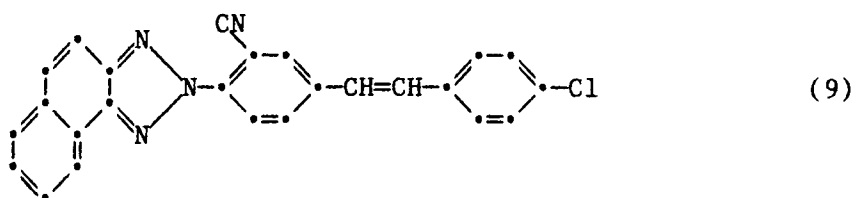
55

Von besonderem Interesse sind die Verbindungen der Formel:

5

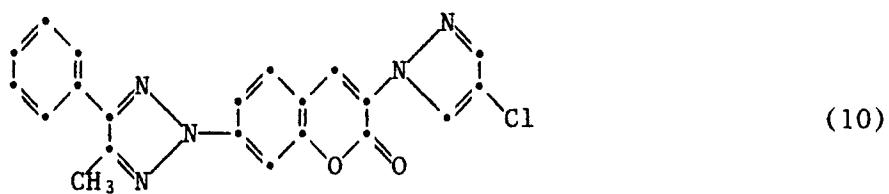


10

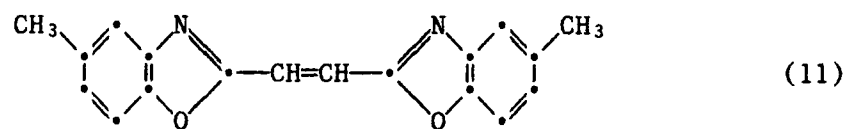


15

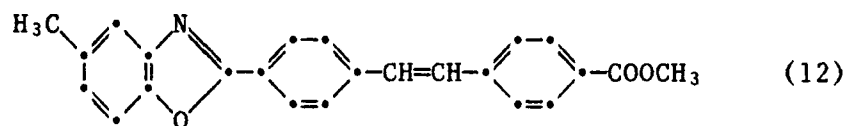
20



25

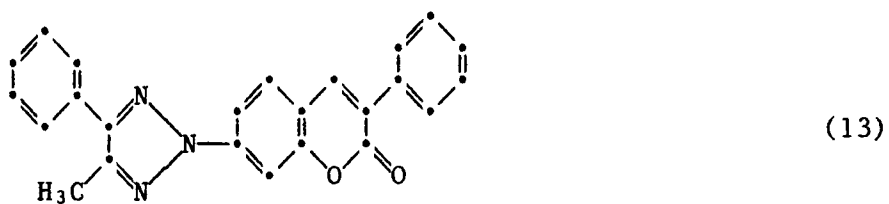


30



35

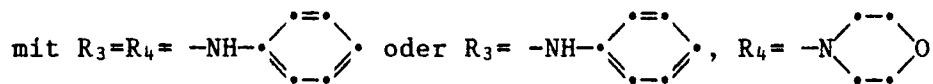
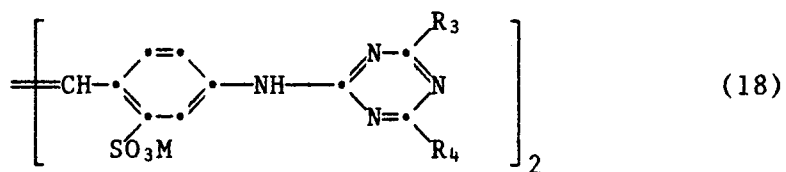
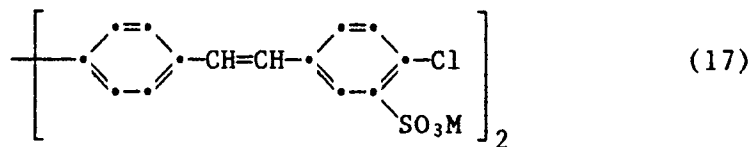
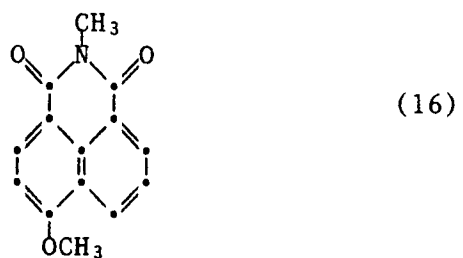
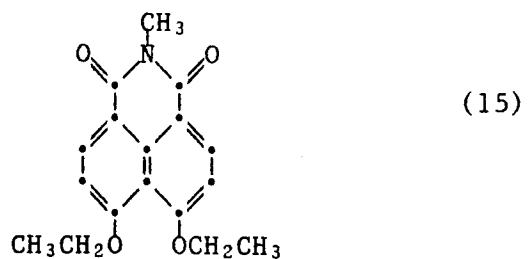
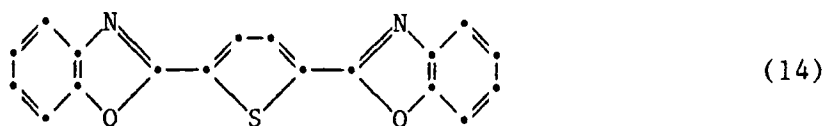
40



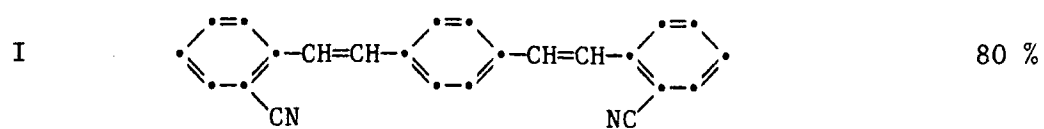
45

50

55

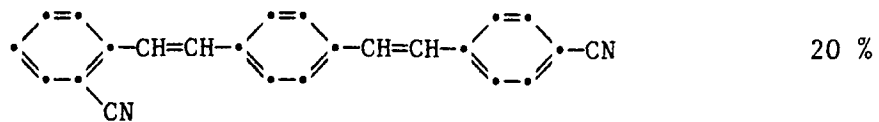


und M = Li, Na, K, Ammonium oder C₁-C₄-Alkylammonium
sowie die Mischungen I bis VI von Verbindungen der Formeln:

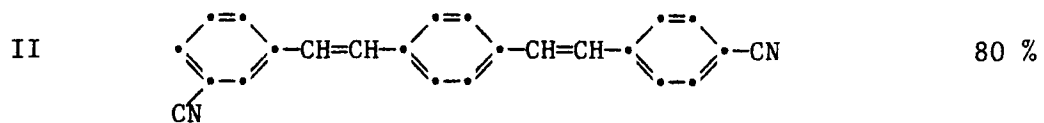


5

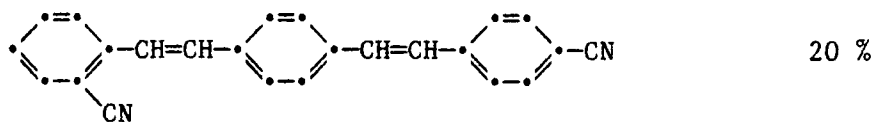
10



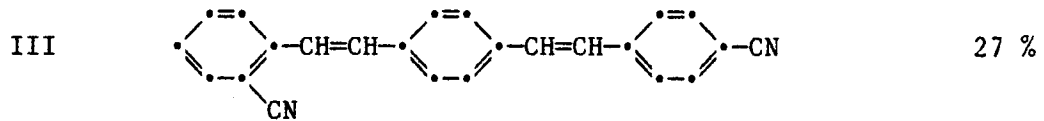
15



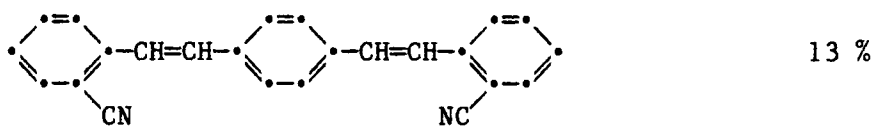
20



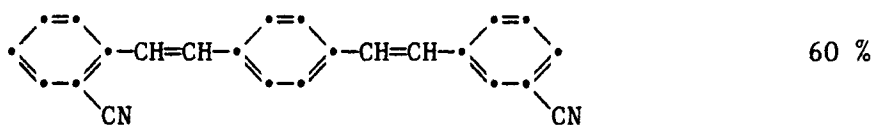
25



30



35



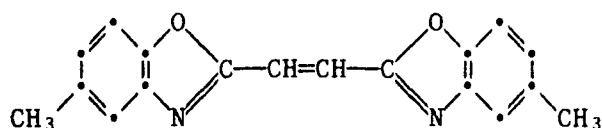
40

45



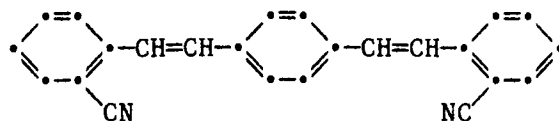
50

55

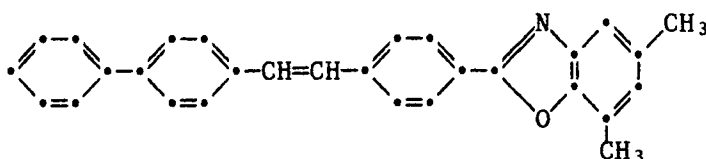


80 % resp. 60 %

V

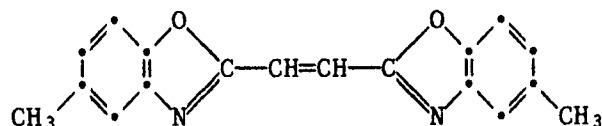


40 %

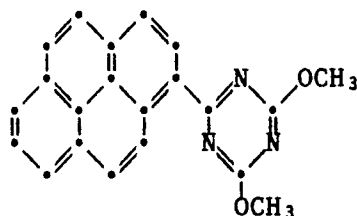


60 %

VI



85 %



15 %

Bei den kationischen, anionischen und/oder nichtionogenen Dispergiermitteln handelt es sich um die üblichen Dispergiermittel für wasserunlösliche bzw. schwerlösliche Aufheller.

Als anionische Dispergiermittel sind beispielsweise genannt Kondensationsprodukte von aromatischen Sulfonsäuren mit Formaldehyd sowie Ligninsulfonate. Besonders geeignet sind Formaldehyd-Kondensationsprodukte mit Naphthalinsulfonsäure sowie Dihexyl-sulfosuccinate.

Als kationische Dispergiermittel kommen zum Beispiel quaternäre Fettaminpolyglykolether in Frage.

Vorzugsweise werden jedoch nichtionogene Dispergiermittel eingesetzt. In Frage kommen zum Beispiel: Ethylenoxid-Addukte aus der Klasse der Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid an höhere Fettsäuren, gesättigte oder ungesättigte Fettalkohole, Mercaptane, Fettsäureamide, Fettsäurealkylolamide oder Fettamine oder an Alkylphenole oder Alkylthiophenole mit mindestens 7 Kohlenstoffatomen im Alkylrest, wobei auf 1 Mol der genannten Verbindungen bevorzugt 5 bis 100 Mol Ethylenoxid kommen, sowie Ethylenoxid-Propylenoxid-Blockpolymere und Ethylendiamin-Ethylenoxid-Propylenoxid-Addukte. Einzelne der Ethylenoxideinheiten können durch andere Epoxide, wie z.B. Styroloxid oder insbesondere Propylenoxid ersetzt sein.

Als Ethylenoxid-Addukte sind im einzelnen genannt:

a) Umsetzungsprodukte von gesättigten und/oder ungesättigten Fettalkoholen mit 8 bis 20 C-Atomen, mit 20 bis 100 Mol Ethylenoxid (EO) je Mol Alkohol, vorzugsweise gesättigte lineare C₁₆-C₁₈ Alkohole mit 25 bis 80 insbesondere 25 Mol Ethylenoxid je Mol Alkohol;

b) Umsetzungsprodukte von gesättigten und/oder ungesättigten Fettsäuren mit 8 bis 20 C-Atomen mit 5 bis 20 Mol Ethylenoxid je Mol Säure, vorzugsweise Rizinusölethoxylat;

c) Umsetzungsprodukte von Alkylphenolen mit 7 bis 12 C-Atomen im Alkylrest mit 5 bis 25 Mol Ethylenoxid je Mol phenolische Hydroxylgruppe, vorzugsweise Mono- oder Dialkylphenole mit 10 bis 20 Mol Ethylenoxid je Mol phenolische Hydroxylgruppe;

d) Umsetzungsprodukte von gesättigten und/oder ungesättigten Fettsäureamiden mit 8 bis 20 C-Atomen mit 5 bis 20 Mol Ethylenoxid je Mol Säureamid, vorzugsweise Oelsäureamide mit 8 bis 15 Mol Ethylenoxid je Mol Säureamid;

e) Umsetzungsprodukte von gesättigten und/oder ungesättigten Fettaminen mit 8 bis 20 C-Atomen mit 5 bis 20 Mol Ethylenoxid je Mol Amin, vorzugsweise Oleylamine mit 8 bis 15 Mol Ethylenoxid je Mol Amin.

f) Ethylenoxid-Propylenoxid-Blockpolymere mit 10-80 % Ethylenoxid und Molekulargewichten von 1000-80000;

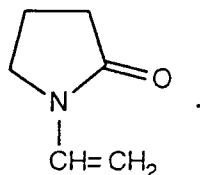
g) Ethylenoxid-Propylenoxid-Addukte an Ethylendiamin.

Von diesen sind die unter a) genannten bevorzugt. Auch Gemische der Ethylenoxid-Addukte nach a) bis g) untereinander sind verwendbar.

Des weiteren kann die erfindungsgemässe Dispersion weitere Hilfsmittel beispielsweise Textilhilfsmittel, Nuancierfarbstoffe, schaumdämpfende Mittel, insbesondere Gefrierschutzmittel wie z.B. Polyole insbesondere Di- oder Polyalkohole wie Ethylenglykol, Propylenglykol, Diethylenglykol, Glycerin und/oder Sorbit, Feuchthaltemittel, Tenside wie z.B. Polyethylenglykole mit Molgewichten zwischen 200 und 6000 und/oder Antimikrobica wie z.B. Chloracetamid oder wässrige Formalinlösungen sowie Fungizide enthalten.

Erfindungswesentlich ist, dass die Aufhellerdispersion ein Copolymerisat von 1-Vinyl-2-pyrrolidon mit 3-Vinylpropionsäure enthält. Diese Copolymerisate sind bekannt und können nach bekannten Methoden hergestellt werden.

Bei dem verwendeten 1-Vinyl-2-pyrrolidon handelt es sich um die Verbindung der Formel

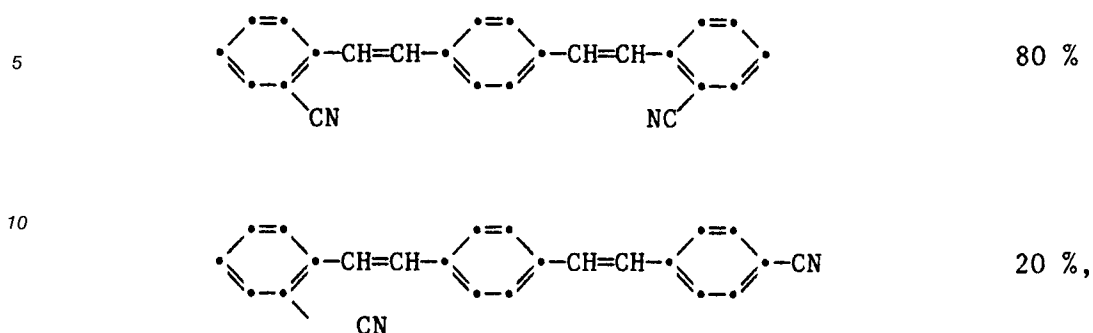


Die Herstellung der erfindungsgemässen Aufhellerdispersion erfolgt z.B. a) durch Mischen der separat hergestellten und formierten Einzelkomponenten oder b) durch gemeinsame Formierung der Einzelkomponenten z.B. durch Mahlung in einer Mikrosol-, Perl-, Sand-, oder Dynamühle auf eine Korngrösse der Teilchen von kleiner als 5 μm .

Verwendung finden die erfindungsgemässen Aufhellerdispersionen zum optischen Aufhellen von textilen Fasermaterialien vorzugsweise von Polyester-fasermaterial. Die Applikation erfolgt nach bekannten Applikationsverfahren vorzugsweise nach einem Klotz-Thermosolverfahren. Es ist auch möglich Polyester/Cellulose-Mischgewebe aufzuhellen. Die Applikation erfolgt dann entweder nach einem Einstufenverfahren unter Zusatz eines Cellulose-Aufhellers wobei dann der Polyester- und der Celluloseanteil gleichzeitig aufgehellt werden oder nach einem Zweistufenverfahren wobei im ersten Schritt der Polyesteranteil mittels der erfindungsgemässen Aufhellerdispersion und im zweiten Schritt unter Zusatz eines Cellulose-Aufhellers der Celluloseanteil aufgehellt werden.

Die nachfolgenden Beispiele erläutern die Erfindung, ohne sie darauf zu beschränken. Prozente und Teile bedeuten Gewichtsprozente bzw. -teile.

Beispiel 1: 40 Teile der Aufhellermischung I

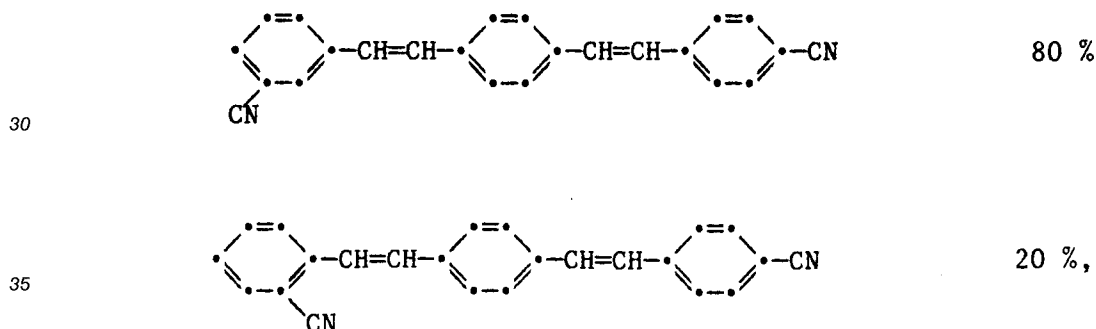


15

20 Teile C₁₆-C₁₈-Fettalkohol mit 25 EO (HLB ca. 16), 20 Teile 1,2-Propylenglykol, 32 Teile 30 %iges wässriges 1-Vinyl-2-pyrrolidon/3-Vinylpropionsäure-Copolymerisat, 2 Teile Formaldehyd 37 % und 286 Teile Wasser werden in einer Mikrosolmühle gemahlen, bis die Aufhellerteilchen eine Korngrösse von kleiner als 5 µm aufweisen. Nach dem Abtrennen der Glasperlen erhält man eine homogene, gut giess- und pumpbare Flüssigform mit einem Aufhellergehalt von 10 %. Diese Aufhellierzubereitung ist bei Raumtemperatur und 40 °C mehrere Monate lang lagerstabil.

Beispiel 2: 10 Teile der Aufhellermischung II

25



40 5 Teile C₁₆-C₁₈-Fettalkohol mit 25 EO (HLB ca. 16), 5 Teile 1,2-Propylenglykol, 0,5 Teile Formaldehyd 37 %, 8 Teile 30 %iges wässriges 1-Vinyl-2-pyrrolidon/3-Vinylpropionsäure-Copolymerisat und 71,5 Teile Wasser werden in einer Rührwerkskugelmühle vermahlen. Nach dem Erreichen der geforderten Feinverteilung siebt man vom Mahlkörper ab. Man erhält eine Dispersion, die 10 % Aufheller enthält und bei Raumtemperatur und 40 °C mehrere Monate lang stabil bleibt.

45

Beispiel 3:

50 40 Teile der Aufhellermischung I bzw. II gemäss Beispiel 1 bzw. 2, 20 Teile eines nichtionogenen Dispergators, wie in Beispiel 1 und 140 Teile Wasser werden wie im Beispiel 1 in einer Mikrosolmühle gemahlen. Nach dem Abtrennen der Glasperlen erhält man eine homogene, gut giess- und pumpbare Flüssigform mit einem Aufhellergehalt von 20 %. 100 Teile dieser Flüssigform werden in einem Becherglas unter Rühren mit 10 Teilen 1,2-Propylenglykol, 16 Teilen 30 %igem wässrigem 1-Vinyl-2-pyrrolidon/3-Vinylpropionsäure-Copolymerisat, 1 Teil Formaldehyd 37 % und 73 Teilen Wasser versetzt. Man erhält eine dünnflüssige Dispersion mit einem Aufhellergehalt von 10 %, welche bei Raumtemperatur und 40 °C während längerer Zeit lagerstabil bleibt und keine Sedimentation aufweist.

55

Das gleiche Ergebnis wird erzielt, wenn die Dispersion in einer Perl-, Sand- oder Dynamühle gemahlen wird.

Wird anstelle von 1-Vinyl-2-pyrrolidon/3-Vinylpropionsäure-Copolymerisat mengengleich ein in der Praxis vorzugsweise verwendeter Polyvinylalkohol eingesetzt, so sind die Dispersionen nicht mehr lagerstabil; sie sedimentieren nach kurzer Zeit.

5 Beispiel 4:

Ein Polyestergewebe (Terylene Typ 540) wird bei 40 °C auf einem Färbeapparat bei einem Flottenverhältnis von 1:20 mit einem wässrigen Bad, enthaltend 1 g Aufhellerpräparation gemäss Beispiel 1, 2 oder 3 und 1 g/l eines Fettalkoholpolyglykolethers, behandelt. Innerhalb von 30 Minuten steigert man die Temperatur auf 130 °C und belässt sie während weiterer 30 Minuten auf dieser Höhe. Dann kühlt man innerhalb von 15 Minuten wieder auf 40 °C ab. Zur Nachbehandlung wird das Textilgut während 30 Sekunden in fließendem deionisiertem Wasser gespült und bei 180 °C getrocknet. Das derart behandelte Polyestergerewebe weist einen hohen Aufhelleffekt auf.

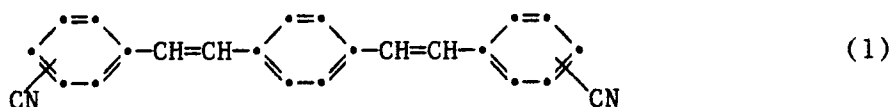
15 Beispiel 5:

Man foulardiert bei Raumtemperatur ein Polyestergewebe (Terylene Typ 540) mit einer wässrigen Flotte enthaltend 1 g Aufhellerpräparation gemäss Beispiel 1, 2 oder 3 und 1 ml/l Alkylphenol polyphenolether.

Der Abquetscheffekt beträgt 65 %. Anschliessend wird während 30 Minuten bei einer Temperatur von 80 °C getrocknet und daraufhin bei 200 °C thermofixiert. Das so behandelte Polyestergewebe weist einen höheren Aufhelleffekt auf, als wenn eine gleiche Präparation verwendet wird, die jedoch anstelle von 1-Vinyl-2-pyrrolidon/3-Vinylpropionsäure-Copolymerisat einen in der Praxis vorzugsweise verwendeten Polyvinylalkohol enthält.

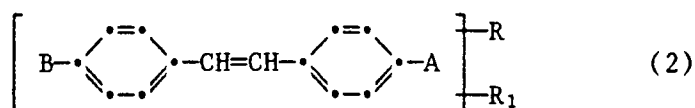
25 Patentansprüche

1. Stabile Aufhellerdispersion enthaltend mindestens einen wasserunlöslichen oder schwerlöslichen optischen Aufheller, mindestens ein anionisches, kationisches und/oder nichtionogenes Dispergiermittel sowie gegebenenfalls weitere Hilfsmittel, dadurch gekennzeichnet, dass die Dispersion zusätzlich ein Copolymerisat von 1-Vinyl-2-pyrrolidon mit 3-Vinylpropionsäure enthält.
2. Stabile Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie 4-20 Gew.-% Aufheller, 2-20 Gew.-% Dispergiermittel, 1-15 Gew.-% Copolymerisat von 1-Vinyl-2-pyrrolidon mit 3-Vinylpropionsäure sowie 0,1-25 Gew.-% weitere Hilfsmittel enthält.
3. Stabile Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass sie 8-15 Gew.-% Aufheller, 2-10 Gew.-% Dispergiermittel, 2-10 Gew.-% Copolymerisat von 1-Vinyl-2-pyrrolidon mit 3-Vinylpropionsäure und 0,1-20 Gew.-% weitere Hilfsmittel enthält.
4. Stabile Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Aufheller Verbindungen oder Mischungen von Verbindungen aus der Klasse der Stilbene, Distyryl-benzole, Diphenyl-distyryle, Triazinyle, Benzoxazole, Bis-benzoxazole, Bis-benzoxazolyl-thiophene, Bis-benzoxazolynaphthaline, Pyrene, Cumarine und Hapthalin-peri-dicarbonsäureimide enthält.
5. Stabile Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Aufheller mindestens eine Verbindung der Formel



enthält.

6. Stabile Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Aufheller eine Verbindung der Formel



enthält, worin

A = 2-Benzoxazolyl, -CH=CH-CN, -CH=CH-COOR₂, -COOR₂ oder Halogen,

B = Phenyl falls A 2-Benzoxazolyl,

B = -CH=CH-CN falls A -CH=CH-CN,

B = -CH=CH-COOR₂ falls A -CH=CH-COOR₂,

B = 2-Benzoxazolyl falls A -COOR₂,

B = Naphthalin-triazolyl falls A Halogen oder -COOR₂,

B = 1,2,4-Oxadiazol falls A 2-Benzoxazolyl

und

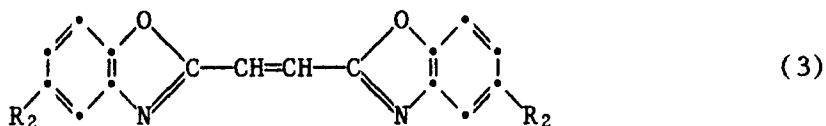
R = H, C₁-C₄-Alkyl

R₁ = H, C₁-C₄-Alkyl und CN

R₂ = C₁-C₄-Alkyl

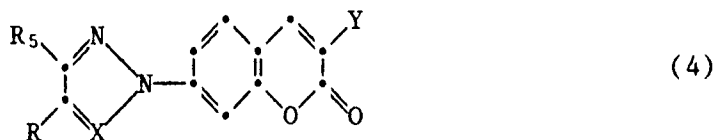
bedeutet.

7. Stabile Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Aufheller eine Verbindung der Formel

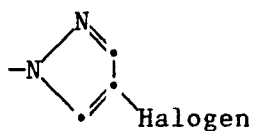


enthält, worin R₂ C₁-C₄-Alkyl bedeutet.

8. Stabile Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Aufheller eine Verbindung der Formel

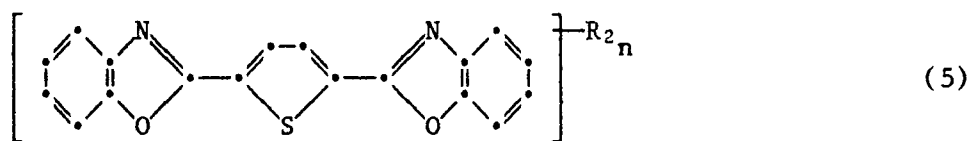


enthält, worin Y Phenyl oder ein Rest der Formel



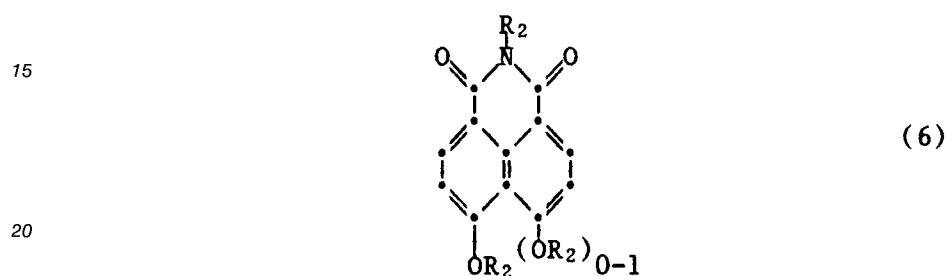
X C, N und R₅ C₁-C₄-Alkyl oder Phenyl und R H oder C₁-C₄-Alkyl bedeutet.

9. Stabile Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Aufheller eine Verbindung der Formel



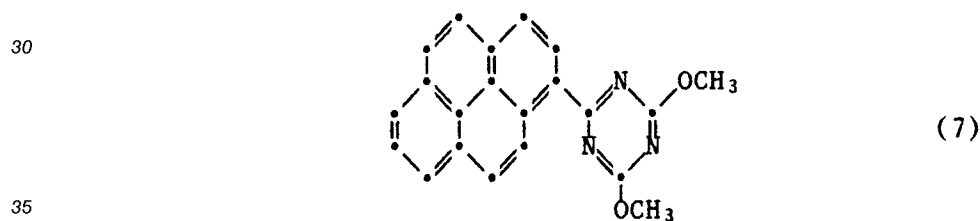
enthält, worin n die Zahlen Null bis 2 und R₂ C₁-C₄-Alkyl bedeutet.

- 10 **10.** Stabile Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Aufheller eine Verbindung der Formel



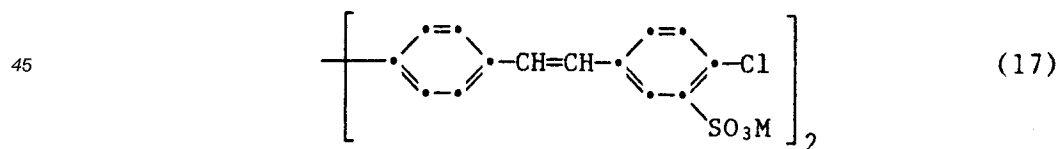
enthält, worin R₂ C₁-C₄-Alkyl bedeutet.

- 25 **11.** Stabile Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Aufheller eine Verbindung der Formel



enthält.

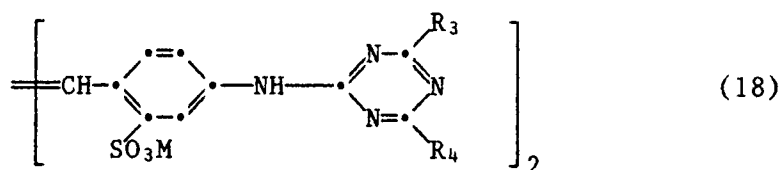
- 40 **12.** Stabile Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Aufheller eine Verbindung der Formel



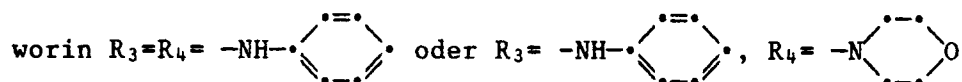
50 enthält,
worin M Li, Na, K, Ammonium oder C₁-C₄-Alkylammonium bedeutet.

- 13.** Stabile Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Aufheller eine Verbindung der Formel

55

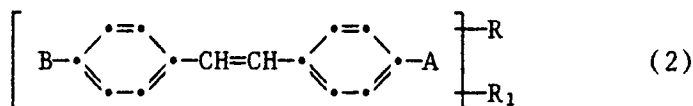


enthält,



und M Li, Na, K, Ammonium oder C₁-C₄-Alkylammonium bedeutet.

14. Stabile Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Aufheller eine Mischung von Verbindungen der Formel



worin

A = 2-Benzoxazolyl, -CH = CH-CN, -CH = CH-COOR₂, -COOR₂ oder Halogen,

B = Phenyl falls A 2-Benzoxazolyl,

B = -CH = CH-CN falls A -CH = CH-CN,

B = -CH = CH-COOR₂ falls A -CH = CH-COOR₂,

B = 2-Benzoxazolyl falls A -COOR₂,

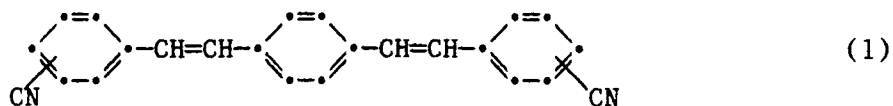
B = Naphthalin-triazolyl falls A Halogen oder -COOR₂,
und

R = H, C₁-C₄-Alkyl

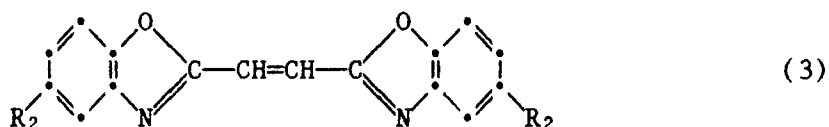
R₁ = H, C₁-C₄-Alkyl und CN

R₂ = C₁-C₄-Alkyl

bedeutet mit Verbindungen der Formeln

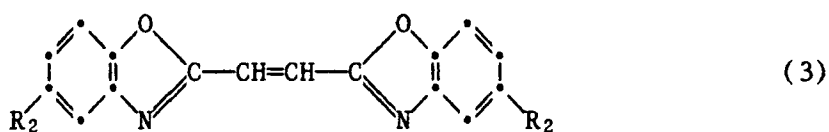


oder

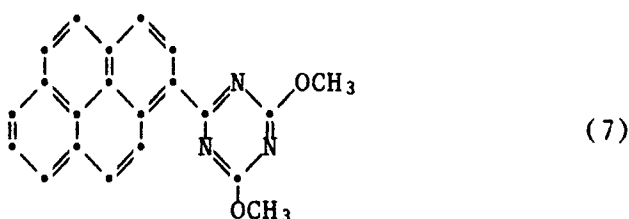


worin R₂ C₁-C₄-Alkyl bedeutet, enthält.

15. Stabile Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Aufheller eine Mischung von Verbindungen der Formel



worin R₂ C₁-C₄-Alkyl bedeutet mit einer Verbindung der Formel

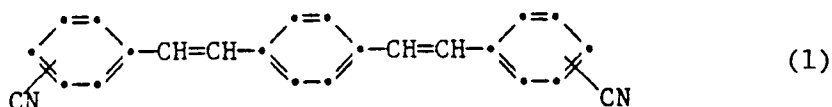


enthält.

16. Verwendung der Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 1 zum optischen Aufhellen von Polyester- und Polyester/Cellulosefasermaterial.
17. Verfahren zur Herstellung einer stabilen Aufhellerdispersion gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein wasserunlöslicher oder schwerlöslicher optischer Aufheller mit mindestens einem anionischen, kationischen oder nichtionogenen Dispergiermittel, einem Copolymer von 1-Vinyl-2-pyrrolidon mit 3-Vinylpropionsäure und Wasser sowie gegebenenfalls weiteren Hilfsmitteln
- a) durch Mischen der separat hergestellten und formierten Einzelkomponenten oder b) durch gemeinsame Formierung der Einzelkomponenten homogenisiert wird.

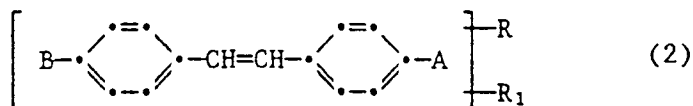
Claims

1. A stable whitener dispersion comprising at least one water-insoluble or sparingly soluble fluorescent whitening agent, at least one anionic, cationic and/or non-ionic dispersant, and further optional assistants, which dispersion additionally comprises a copolymer of 1-vinyl-2-pyrrolidone and 3-vinylpropionic acid.
2. A stable whitener dispersion according to claim 1, which comprises 4-20% by weight of fluorescent whitening agent, 2-20% by weight of dispersant, 1-15% by weight of copolymer of 1-vinyl-2-pyrrolidone and 3-vinylpropionic acid, and 0.1-25% by weight of further assistants.
3. A stable whitener dispersion according to claim 2, which comprises 8-15% by weight of fluorescent whitening agent, 2-10% by weight of dispersant, 2-10% by weight of copolymer of 1-vinyl-2-pyrrolidone and 3-vinylpropionic acid, and 0.1-20% by weight of further assistants.
4. A stable whitener dispersion according to claim 1, wherein the fluorescent whitening agent is a compound or a mixture of compounds selected from the class of the stilbenes, distyrylbenzenes, diphenylbistyrils, triazinyls, benzoxazoles, bis(benzoxazoles), bis(benzoxazolyl)thiophenes, bis-(benzoxazolyl)naphthalenes, pyrenes, coumarins and naphthalene-peridicarboximides.
5. A stable whitener dispersion according to claim 4, which contains at least one compound of formula



as fluorescent whitening agent.

6. A stable whitener dispersion according to claim 4, wherein the fluorescent whitening agent is a compound of formula



in which

A = 2-benzoxazolyl, -CH=CH-CN, -CH=CH-COOR₂, -COOR₂ or halogen,

B = phenyl if A is 2-benzoxazolyl,

B = -CH=CH-CN if A is -CH=CH-CN,

B = -CH=CH-COOR₂ if A is -CH=CH-COOR₂,

B = 2-benzoxazolyl if A is -COOR₂,

B = naphthalene-triazolyl if A is halogen or -COOR₂,

B = 1,2,4-oxadiazole if A is 2-benzoxazolyl,

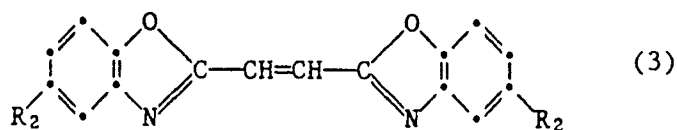
and

R = H, C₁-C₄ alkyl,

R₁ = H, C₁-C₄ alkyl and CN,

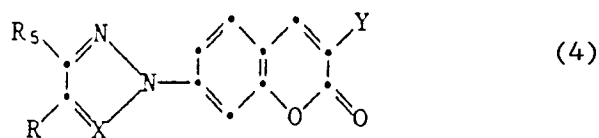
R₂ = C₁-C₄ alkyl.

7. A stable whitener dispersion according to claim 4, wherein the fluorescent whitening agent is a compound of formula



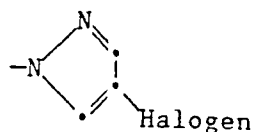
in which R₂ is C₁-C₄ alkyl.

8. A stable whitener dispersion according to claim 4, wherein the fluorescent whitening agent is a compound of formula



in which

Y is phenyl or a radical of formula

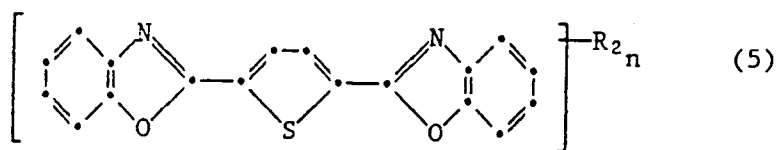


X is C or N, and

R₅ is C₁-C₄ alkyl or phenyl, and

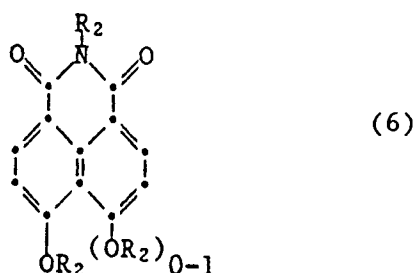
R is H or C₁-C₄ alkyl.

9. A stable whitener dispersion according to claim 4, wherein the fluorescent whitening agent is a compound of formula



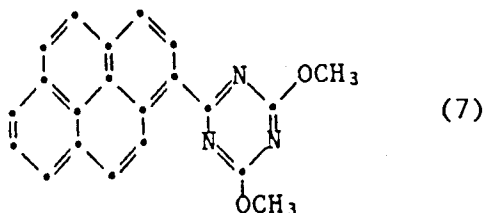
in which n is 0 to 2 and R₂ is C₁-C₄ alkyl.

10. A stable whitener dispersion according to claim 4, wherein the fluorescent whitening agent is a compound of formula

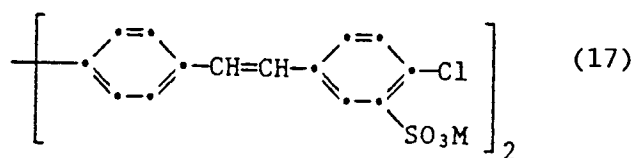


in which R₂ is C₁-C₄ alkyl.

11. A stable whitener dispersion according to claim 4, wherein the fluorescent whitening agent is a compound of formula

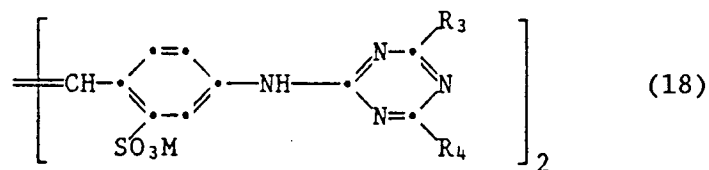


12. A stable whitener dispersion according to claim 4, wherein the fluorescent whitening agent is a compound of formula



in which M is Li, Na, K, ammonium or C₁-C₄ alkylammonium.

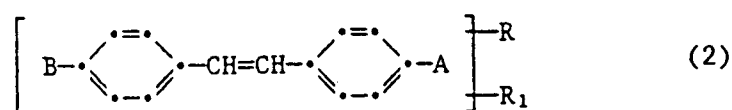
13. A stable whitener dispersion according to claim 4, wherein the fluorescent whitening agent is a compound of formula



in which $\text{R}_3=\text{R}_4=-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4$ or $\text{R}_3=-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4$, $\text{R}_4=-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_4)\text{O}$ and

M is Li, Na, K, ammonium or C_1 - C_4 alkylammonium.

14. A stable whitener dispersion according to claim 4, wherein the fluorescent whitening agent is a mixture of compounds of formula



in which

A = 2-benzoxazolyl, $-\text{CH}=\text{CH}-\text{CN}$, $-\text{CH}=\text{CH}-\text{COOR}_2$, $-\text{COOR}_2$ or halogen,

B = phenyl if A is 2-benzoxazolyl,

B = $-\text{CH}=\text{CH}-\text{CN}$ if A is $-\text{CH}=\text{CH}-\text{CN}$,

B = $-\text{CH}=\text{CH}-\text{COOR}_2$ if A is $-\text{CH}=\text{CH}-\text{COOR}_2$,

B = 2-benzoxazolyl if A is $-\text{COOR}_2$,

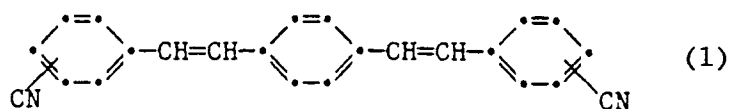
B = naphthalene-triazolyl if A is halogen or $-\text{COOR}_2$,
and

R = H, C_1 - C_4 alkyl,

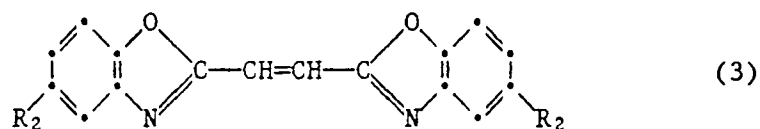
R_1 = H, C_1 - C_4 alkyl and CN,

R_2 = C_1 - C_4 alkyl,

and a compound of formula

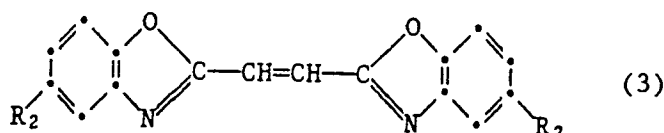


or

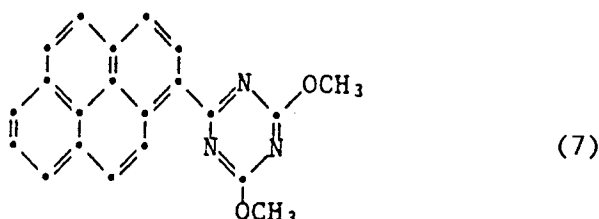


in which R_2 is C_1 - C_4 alkyl.

15. A stable whitener dispersion according to claim 4, wherein the fluorescent whitening agent is a mixture of compounds of formula



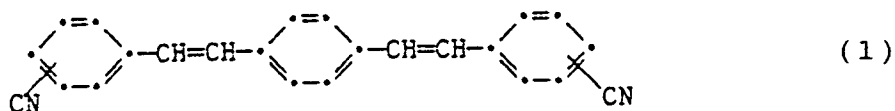
in which R₂ is C₁-C₄ alkyl, and a compound of formula



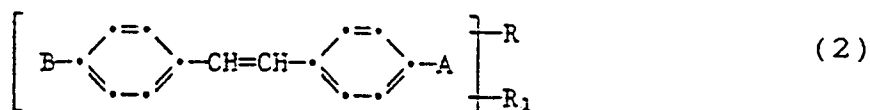
16. Use of the dispersion according to claim 1 for whitening polyester and polyester/cellulose blends.
17. A process for the preparation of a stable whitener dispersion according to claim 1, which comprises homogenising at least one water-insoluble or sparingly soluble fluorescent whitening agent with at least one anionic, cationic or non-ionic dispersant, a copolymer of 1-vinyl-2-pyrrolidone and 3-vinylpropionic acid, and water, as well as further optional assistants, a) by mixing the separately prepared and formulated individual components or b) by jointly formulating the individual components.

Revendications

1. Dispersion stable d'azurants optiques contenant au moins un azurant optique insoluble ou peu soluble dans l'eau, au moins un agent dispersant anionique, cationique et/ou non-ionique, ainsi qu'éventuellement d'autres adjuvants, caractérisée en ce que la dispersion contient en outre un copolymère de 1-vinyl-2-pyrrolidone et d'acide 3-vinylpropionique.
2. Dispersion stable d'azurants optiques conforme à la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle contient de 4 à 20 % en poids d'azurants optiques, de 2 à 20 % en poids d'agents dispersants, de 1 à 15 % en poids de polymère de 1-vinyl-2-pyrrolidone et d'acide 3-vinylpropionique, ainsi que de 0,1 à 25 % en poids d'autres adjuvants.
3. Dispersion stable d'azurants optiques conforme à la revendication 2, caractérisée en ce qu'elle contient de 8 à 15 % en poids d'azurants optiques, de 2 à 10 % en poids d'agents dispersants, de 2 à 10 % en poids de polymère de 1-vinyl-2-pyrrolidone et d'acide 3-vinylpropionique, ainsi que de 0,1 à 20 % en poids d'autres adjuvants.
4. Dispersion stable d'azurants optiques conforme à la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle contient, en tant qu'azurants optiques, des composés ou des mélanges de composés des classes des stilbènes, distyryl-benzènes, diphenyl-distyryles, triazines, benzoxazoles, bis-benzoxazoles, bis-benzoxazolyl-thiophènes, bis-benzoxazolyl-naphtalènes, pyrènes, coumarines et naphtalène-péri-dicarbimides.
5. Dispersion stable d'azurants optiques conforme à la revendication 4, caractérisée en ce qu'elle contient, en tant qu'azurants optiques, au moins un composé de formule



6. Dispersion stable d'azurants optiques conforme à la revendication 4, caractérisée en ce qu'elle contient, comme azurant optique, un composé de formule



dans laquelle

A représente un atome d'halogène ou un groupe 2-benzoxazolyle, $-\text{CH}=\text{CH}-\text{CN}$, $-\text{CH}=\text{CH}-\text{COOR}_2$ ou $-\text{COOR}_2$,

B représente un groupe phényle si A représente un groupe 2-benzoxazolyle,

B représente un groupe $-\text{CH}=\text{CH}-\text{CN}$ si A représente un groupe $-\text{CH}=\text{CH}-\text{CN}$,

B représente un groupe $-\text{CH}=\text{CH}-\text{COOR}_2$ si A représente un groupe $-\text{CH}=\text{CH}-\text{COOR}_2$,

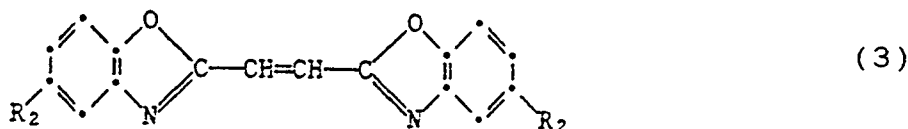
B représente un groupe 2-benzoxazolyle si A représente un groupe $-\text{COOR}_2$,

B représente un groupe naphthalène-triazolyle si A représente un atome d'halogène ou un groupe $-\text{COOR}_2$,

B représente un groupe 1,2,4-oxadiazolyle si A représente un groupe 2-benzoxazolyle,

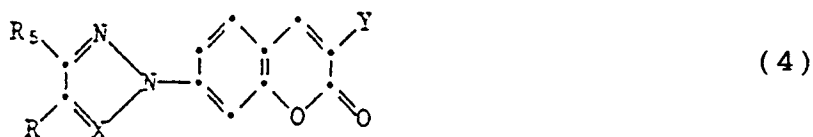
et R représente un atome d'hydrogène ou un groupe alkyle en C_1-C_4 , R_1 représente un atome d'hydrogène ou un groupe alkyle en C_1-C_4 ou $-\text{CN}$, et R_2 représente un groupe alkyle en C_1-C_4 .

7. Dispersion stable d'azurants optiques conforme à la revendication 4, caractérisée en ce qu'elle contient, comme azurant optique, un composé de formule

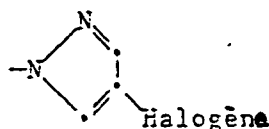


dans laquelle R_2 représente un groupe alkyle en C_1-C_4 .

8. Dispersion stable d'azurants optiques conforme à la revendication 4, caractérisée en ce qu'elle contient, comme azurant optique, un composé de formule

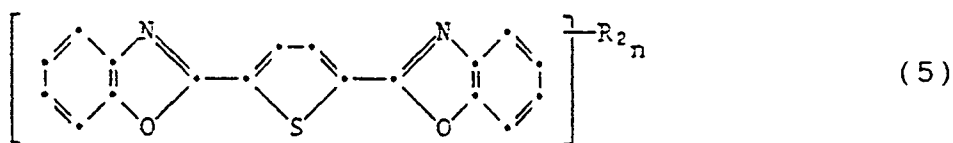


dans laquelle Y représente un groupe phényle ou un reste de formule



X représente un atome de carbone ou d'azote et R_5 représente un groupe alkyle en C_1-C_4 ou un groupe phényle, et R représente un atome d'hydrogène ou un groupe alkyle en C_1-C_4 .

9. Dispersion stable d'azurants optiques conforme à la revendication 4, caractérisée en ce qu'elle contient, comme azurant optique, un composé de formule



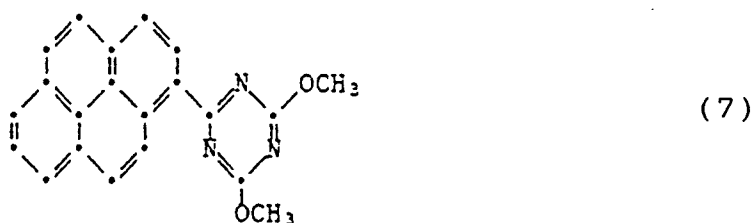
dans laquelle n est un nombre valant de 0 à 2 et R₂ représente un groupe alkyle en C₁-C₄.

- 10 **10.** Dispersion stable d'azurants optiques conforme à la revendication 4, caractérisée en ce qu'elle contient, comme azurant optique, un composé de formule

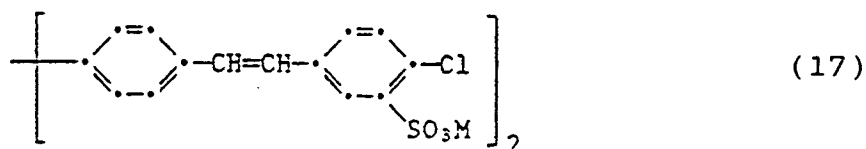


dans laquelle R₂ représente un groupe alkyle en C₁-C₄.

- 25 **11.** Dispersion stable d'azurants optiques conforme à la revendication 4, caractérisée en ce qu'elle contient, comme azurant optique, un composé de formule

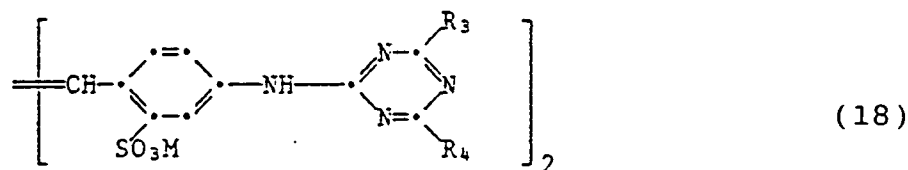


- 40 **12.** Dispersion stable d'azurants optiques conforme à la revendication 4, caractérisée en ce qu'elle contient, comme azurant optique, un composé de formule



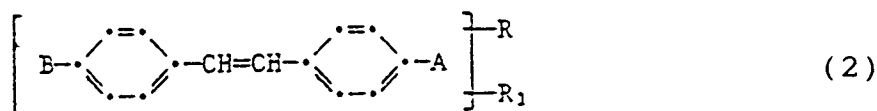
dans laquelle M représente un atome de lithium, de sodium ou de potassium ou un groupe ammonium ou (alkyl en C₁-C₄)-ammonium.

- 55 **13.** Dispersion stable d'azurants optiques conforme à la revendication 4, caractérisée en ce qu'elle contient, comme azurant optique, un composé de formule



et dans laquelle M représente un atome de lithium, de sodium ou de potassium ou un groupe ammonium ou (alkyl en C₁-C₄)-ammonium.

14. Dispersion stable d'azurants optiques conforme à la revendication 4, caractérisée en ce qu'elle contient, en tant qu'azurants optiques, un mélange de composés de formule



dans laquelle

A représente un atome d'halogène ou un groupe 2-benzoxazolyle, $-\text{CH} = \text{CH} - \text{CN}$, $-\text{CH} = \text{CH} - \text{COOR}_2$ ou $-\text{COOR}_2$,

B représente un groupe phényle si A représente un groupe 2-benzoxazolyle,

B représente un groupe $-\text{CH} = \text{CH} - \text{CN}$ si A représente un groupe $-\text{CH} = \text{CH} - \text{CN}$,

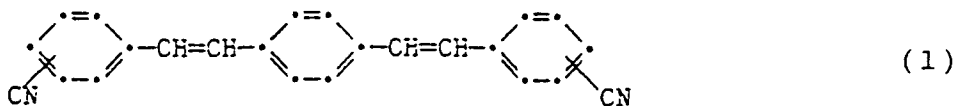
B représente un groupe $-\text{CH} = \text{CH} - \text{COOR}_2$ si A représente un groupe $-\text{CH} = \text{CH} - \text{COOR}_2$,

B représente un groupe 2-benzoxazolyle si A représente un groupe $-\text{COOR}_2$,

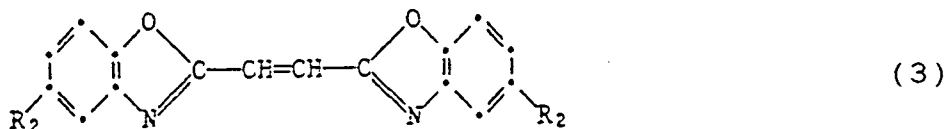
B représente un groupe naphthalène-triazolyle si A représente un atome d'halogène ou un groupe $-\text{COOR}_2$,

B représente un groupe 1,2,4-oxadiazolyle si A représente un groupe 2-benzoxazolyle,

et R représente un atome d'hydrogène ou un groupe alkyle en C₁-C₄, R₁ représente un atome d'hydrogène ou un groupe alkyle en C₁-C₄ ou $-\text{CN}$, et R₂ représente un groupe alkyle en C₁-C₄, et de composés de formule

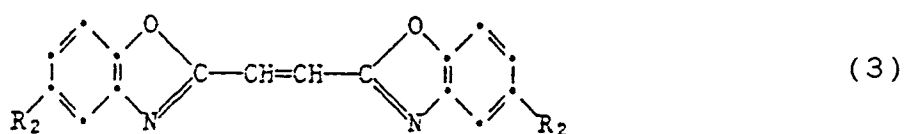


ou

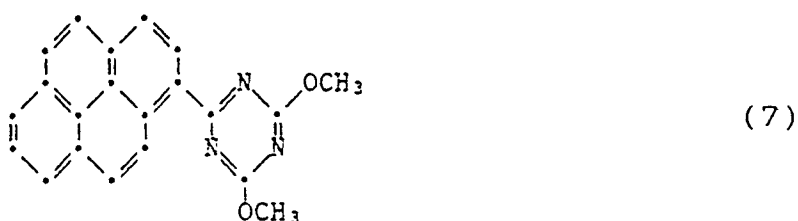


dans laquelle R₂ représente un groupe alkyle en C₁-C₄.

15. Dispersion stable d'azurants optiques conforme à la revendication 4, caractérisée en ce qu'elle contient, en tant qu'azurants optiques, un mélange de composés de formule



dans laquelle R_2 représente un groupe alkyle en C_1 - C_4 , et d'un composé de formule



- 20 **16.** Utilisation d'une dispersion d'azurants optiques conforme à la revendication 1 pour l'azurage optique de matériaux en fibres de polyester ou en fibres de polyester et de cellulose.
- 17.** Procédé de préparation d'une dispersion stable d'azurants optiques conforme à la revendication 1, caractérisé en ce que l'on homogénéise au moins un azurant optique insoluble ou peu soluble dans
- 25 l'eau, avec au moins un agent dispersant anionique, cationique ou non-ionique, un copolymère de 1-vinyl-2-pyrrolidone et d'acide 3-vinylpropionique, et de l'eau, ainsi qu'éventuellement d'autres adjuvants,
- a) en mélangeant les divers composants préparés et mis en forme séparément, ou
- b) par mise en forme conjointe des divers composants.
- 30