



⑫ **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

⑳ Anmeldenummer : **92810877.8**

⑤① Int. Cl.⁵ : **D06L 3/12**

㉔ Anmeldetag : **11.11.92**

③① Priorität : **20.11.91 CH 3390/91**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung :
26.05.93 Patentblatt 93/21

⑧④ Benannte Vertragsstaaten :
BE CH DE ES FR GB IT LI

⑦① Anmelder : **CIBA-GEIGY AG**
Klybeckstrasse 141
CH-4002 Basel (CH)

⑦② Erfinder : **Schlenker, Wolfgang, Dr.**
Rixheimerstrasse 17
CH-4055 Basel (CH)
Erfinder : **Werthemann, Dieter, Dr.**
Scherkesselweg 15
CH-4052 Basel (CH)
Erfinder : **Eckhardt, Claude, Dr.**
16, Rue des Jonquilles
F-68400 Riedisheim (FR)

⑤④ **Verfahren zum optischen Aufhellen von hydrophobem Textilmaterial mit dispersen optischen Aufhellern in überkritischem CO₂.**

⑤⑦ Textilmaterialien aus Polyester lassen sich aus überkritischem CO₂ mit dispersen optischen Aufhellern aufhellen.

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum optischen Aufhellen von hydrophobem Textilmaterial mit dispersen optischen Aufhellern.

Hydrophobe Textilmaterialien werden üblicherweise aus wässrigen Flotten aufgehellt. Dabei erreicht man niemals eine vollständige Baderschöpfung d.h. die Aufheller ziehen nicht quantitativ auf das Textilmaterial. Dies wiederum führt dazu, dass die nach dem Aufhellen verbleibende Aufhellerflotte noch, abhängig von den jeweiligen optischen Aufhellern und Substraten, mehr oder weniger grosse Mengen an optischen Aufhellern enthält. Daher fallen relativ grosse Mengen an Abwässern an, die aufwendig gereinigt werden müssen.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum optischen Aufhellen von Textilmaterial zur Verfügung zu stellen, bei dem keine oder keine nennenswerten Mengen an Abwässern anfallen.

Diese Aufgabe wird durch das erfindungsgemässe Verfahren gelöst.

Die vorliegende Erfindung betrifft somit ein Verfahren zum optischen Aufhellen von hydrophobem Textilmaterial mit optischen Aufhellern, das dadurch gekennzeichnet ist, dass man das Textilmaterial in überkritischem Kohlendioxid mit einem optischen Aufheller behandelt.

Das erfindungsgemässe Verfahren sieht vor, anstelle der vorstehend beschriebenen wässrigen Flotten solche Aufhellerflotten zu verwenden, bei denen das Wasser durch überkritisches Kohlendioxid ersetzt ist. Unter dem Begriff überkritisches CO₂ versteht man CO₂, bei dem der Druck und die Temperatur des CO₂ oberhalb des kritischen Druckes und der kritischen Temperatur liegen. Hierbei weist das überkrische CO₂ annähernd die Viskosität des entsprechenden Gases und eine Dichte auf, die näherungsweise mit der Dichte des entsprechend verflüssigten Gases vergleichbar ist.

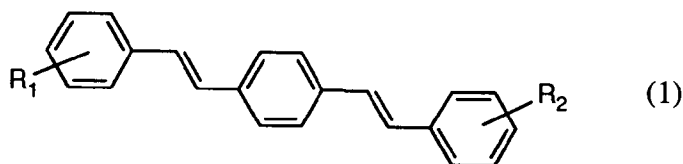
Das erfindungsgemässe Verfahren weist eine Reihe von Vorteilen auf. Bedingt dadurch, dass das hierbei eingesetzte überkrische CO₂ nicht ins Abwasser gelangt, sondern nach dem Aufhellen erneut eingesetzt wird, treten bei dem erfindungsgemässen Verfahren keine Abwasserbelastungen auf. Ferner laufen bei dem erfindungsgemässen Verfahren die für das Aufhellen des textilen Substrates erforderlichen Stoffaustauschvorgänge im Vergleich zu wässrigen Systemen wesentlich schneller ab. Dies wiederum führt dazu, dass das textile Substrat besonders gut und schnell durchströmt werden kann. Bei Anwendung des erfindungsgemässen Verfahrens treten z.B. beim Aufhellen von Wickelkörpern keine Ungleichmässigkeiten bezüglich der Durchströmung des Wickelkörpers auf. Bei der Verwendung von dispersen Aufhellern kommt es praktisch nicht zu unerwünschten Agglomerationen auf dem Fasermaterial, wie dies bei den herkömmlichen wässrigen Verfahren bisweilen der Fall ist, so dass somit durch Anwendung des erfindungsgemässen Verfahrens Fleckenbildungen vermieden werden.

Ein weiterer Vorteil des erfindungsgemässen Verfahrens besteht darin, dass man disperse optische Aufheller einsetzen kann, die ausschliesslich aus dem eigentlichen Aufheller bestehen und nicht die üblichen Dispergatoren und Stellmittel enthalten.

Bei den im erfindungsgemässen Verfahren verwendeten optischen Aufhellern handelt es sich um wasserunlösliche Verbindungen, welche zwei gleiche oder verschiedene Reste, ausgewählt aus der Gruppe Styryl, Stilbenyl, Naphthotriazolyl, Benzoxazolyl, Cumarin, Naphthalimid, Pyren und Triazinyl, enthalten, die direkt oder über ein Brückenglied, ausgewählt aus der Gruppe Vinylen, Styrylen, Stilbenylen, Thienylen, Phenylen, Naphthylen und Oxadiazolylen, miteinander verbunden sind.

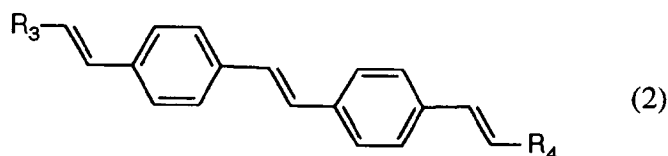
Für das erfindungsgemässe Verfahren besonders geeignete optische Aufheller sind:

a) Distyrylbenzole der Formel

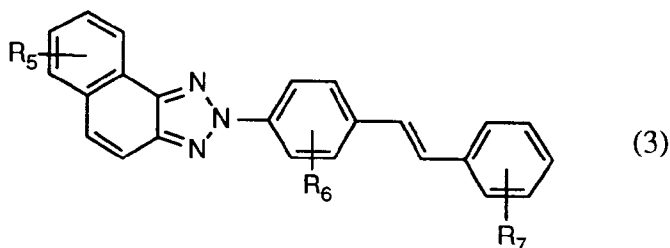


worin R₁ und R₂ unabhängig voneinander je H, CN oder SO₂-C₁-C₄-Alkyl bedeuten;

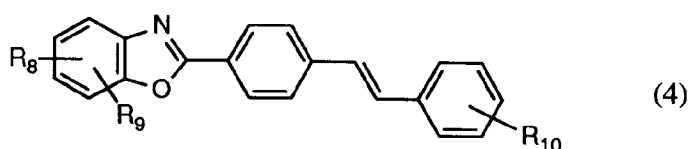
b) Vinylstilbene der Formel



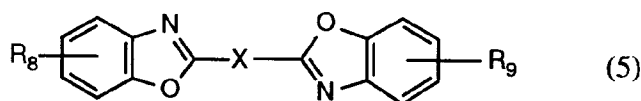
worin R_3 und R_4 unabhängig voneinander je CN oder COO-C₁-C₄-Alkyl bedeuten;
c) Stilben-naphthotriazole der Formel



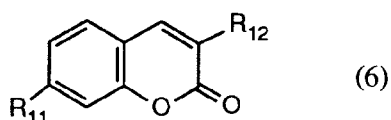
worin R_5 , R_6 und R_7 unabhängig voneinander je H, C₁-C₄-Alkyl, Halogen oder CN bedeuten;
d) Stilben-benzoxazole der Formel



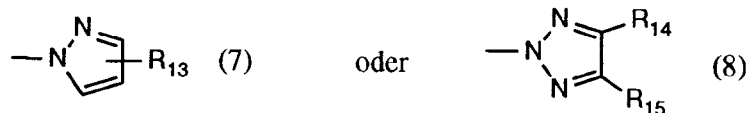
worin R_5 und R_9 unabhängig voneinander je H oder C₁-C₆-Alkyl und R_{10} C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkenyl, Phenyl oder C₁-C₄-Alkylphenyl bedeuten;
e) Bis-benzoxazole der Formel



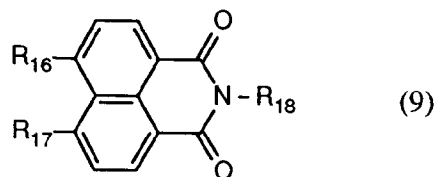
worin R_8 und R_9 unabhängig voneinander je H oder C₁-C₆-Alkyl und X Vinylen, Thienylen, Naphthylen, Styrylen oder Stilbenylen bedeutet;
f) Coumarine der Formel



worin R_{11} und R_{12} unabhängig voneinander je einen Phenyl- oder Pyrazolylrest bedeuten oder einen Rest der Formel



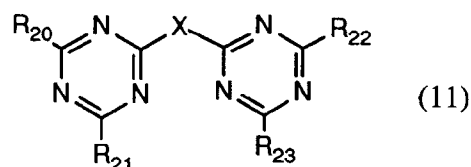
worin R_{13} C₁-C₆-Alkyl, Phenyl oder Halogen und R_{14} und R_{15} unabhängig voneinander je C₁-C₆-Alkyl oder -Alkoxy, Phenyl oder Halogen bedeuten oder worin R_{14} und R_{15} zusammen mit den beiden sie verbindenden C-Atomen einen Phenyl- oder Naphthylrest bedeuten;
g) Naphthalimide der Formel



worin R_{16} , R_{17} und R_{18} unabhängig voneinander je H, C_1 - C_{10} -Alkyl oder -Alkoxy bedeuten;
h) Triazine der Formel

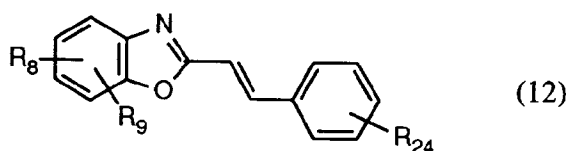


oder



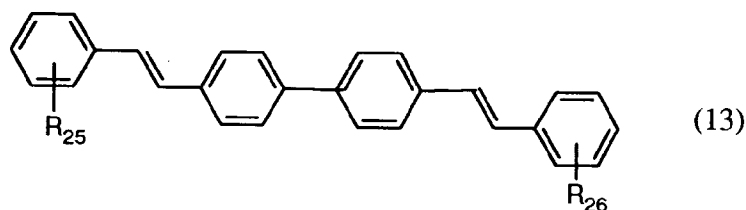
worin R_{19} Pyrenyl, R_{20} , R_{21} , R_{22} und R_{23} unabhängig voneinander je C_1 - C_6 -Alkyl oder -Alkoxy, Phenyl, C_1 - C_4 -Alkylphenyl oder C_1 - C_4 -Alkoxyphenyl und X Vinylen, Thienylen, Naphthylen, Styrylen oder Stilbenylen bedeutet;

i) Styrol-benzoxazole der Formel



worin R_8 und R_9 unabhängig voneinander je H oder C_1 - C_4 -Alkyl und R_{24} CN, Phenyl oder $COOC_1$ - C_4 -Alkyl bedeuten;

j) Distyryl-biphenyle der Formel



worin R_{25} und R_{26} je H, C_1 - C_4 -Alkyl oder -Alkoxy bedeuten.

Unter Alkylresten sind erfindungsgemäss generell geradkettige, verzweigte oder cyclischen Alkylgruppen zu verstehen. Es handelt sich z.B. um Methyl, Ethyl, Propyl, i-Propyl, Butyl, i-Butyl, tert.-Butyl, Amyl, tert.-Amyl(1,1-Dimethylpropyl), 1,1,3,3-Tetramethylbutyl, Hexyl, 1-Methylpentyl, Neopentyl, 1-, 2- oder 3-Methylhexyl, Heptyl, n-Octyl, tert.-Octyl, 2-Ethylhexyl, n-Nonyl, Isononyl, Decyl, Cyclopentyl, Cyclohexyl, Methylcyclohexyl sowie die dazugehörenden Isomeren. Die nicht cyclischen Alkylreste enthalten vorzugsweise 1 bis 6 C-Atome, vor allem 1 bis 4 C-Atome.

Diese Alkylreste können substituiert sein, z.B. durch Halogen, Hydroxy, Alkoxy, Cyan oder Phenyl. Beispiele für solche substituierte Alkylreste sind Hydroxyethyl, Methoxymethyl, Ethoxyethyl, Cyanethyl, Propoxypropyl, Benzyl, Chlorethyl oder Cyanoethyl.

Geeignete Alkoxyreste sind vorzugsweise solche mit 1 bis 4 C-Atomen z.B. Methoxy, Ethoxy, Propoxy, iso-Propoxy, n-Butoxy, iso-Butoxy oder tert.-Butoxy.

Auch die Phenylreste können substituiert sein, z.B. durch Chlor, Brom, C_1 - C_4 -Alkyl, C_1 - C_4 -Alkoxy, Nitro oder Cyan.

Halogen bedeutet Fluor, Jod, Brom oder vor allem Chlor.

Wegen ihrer guten Eigenschaften im erfindungsgemässen Verfahren sind die in den Beispielen aufgeführten optischen Aufheller ganz besonders bevorzugt.

Die optischen Aufheller der Formeln (1) bis (13) sind bekannt oder lassen sich auf an sich bekannte Art

herstellen.

Das erfindungsgemässe Verfahren eignet sich zum optischen Aufhellen von halbsynthetischen und insbesondere synthetischen hydrophoben Fasermaterialien, vor allem Textilmaterialien. Textilmaterialien aus Mischgeweben, die derartige halbsynthetische bzw. synthetische hydrophobe Textilmaterialien enthalten, können ebenfalls nach dem erfindungsgemässen Verfahren optisch aufgehellt werden.

Als halbsynthetische Textilmaterialien kommen vor allem Cellulose-2 1/2-Acetat und Cellulosetriacetat in Frage.

Synthetische hydrophobe Textilmaterialien bestehen vor allem aus linearen, aromatischen Polyestern, beispielsweise solchen aus Terephthalsäure und Glykolen, besonders Ethylenglykol oder Kondensationsprodukten aus Terephthalsäure und 1,4-Bis-(hydroxymethyl)-cyclohexan; aus Polycarbonaten, z.B. aus α,α -Dimethyl-4,4'-dihydroxy-diphenylmethan und Phosgen, aus Fasern auf Polyvinylchlorid-, Polypropylen- oder Polyamid-Basis, z.B. Polyamid 6.6, Polyamid 6.10, Polyamid 6, Polyamid 11, Poly(1,4-phenylenterephthalamid) oder Poly(1,3-phenylenisophthalamid).

Die bei dem erfindungsgemässen Verfahren angewendete Temperatur richtet sich im wesentlichen nach dem Substrat. Normalerweise liegt sie etwa zwischen 90 und 200°C, vorzugsweise zwischen etwa 100 und 150°C.

Der anzuwendende Druck muss mindestens so gross sein, dass das CO₂ in überkritischem Zustand vorliegt. Vorzugsweise liegt der Druck zwischen etwa 73 und 400 bar, insbesondere zwischen etwa 150 und 250 bar. Bei der bevorzugten Temperatur von ca. 130°C für das optische Aufhellen von Polyester material beträgt der Druck etwa 200 bar.

Die optischen Aufheller werden vorzugsweise in einer Konzentration von 0,001 bis 2 Gew.%, insbesondere 0,005 bis 0,5 Gew.%, bezogen auf das Gewicht des Textilmaterials, appliziert. Es können auch Gemische aus zwei oder mehreren der genannten optischen Aufheller eingesetzt werden.

Das "Flottenverhältnis" (Massenverhältnis Textilmaterial: CO₂) beim optischen Aufhellen nach dem erfindungsgemässen Verfahren richtet sich nach der zu behandelnden Ware und deren Aufmachung. Üblicherweise variiert es zwischen einem Wert von 1 : 2 bis 1 : 100, vorzugsweise etwa 1 : 5 bis 1 : 75. Sollen beispielsweise Polyestergerne, die auf entsprechende Kreuzspulen aufgewickelt sind, nach dem erfindungsgemässen Verfahren optisch aufgehellt werden, so geschieht dies vorzugsweise bei relativ kurzen Flottenverhältnissen, d.h. Flottenverhältnissen zwischen 1 : 2 bis 1 : 5. Derartige kurze Flottenverhältnisse bereiten in der Regel bei dem herkömmlichen Verfahren im wässrigen System Schwierigkeiten, da hierbei, bedingt durch die hohe Konzentration an optischem Aufheller, häufig die Gefahr besteht, dass die feindispersen Systeme agglomerieren. Dies tritt jedoch bei dem erfindungsgemässen Verfahren nicht auf.

Zur Reinigung des überkritischen CO₂ nach dem Aufhellen bestehen mehrere Möglichkeiten. Man kann z.B. den in dem überkritischen CO₂ verbleibenden Aufhellerrest über entsprechende Filter ad- bzw. absorbieren. Hierfür eignen sich insbesondere die an sich bekannten Kieselgel-, Kieselgur-, Kohle-, Zeolith- und Aluminiumoxidfilter.

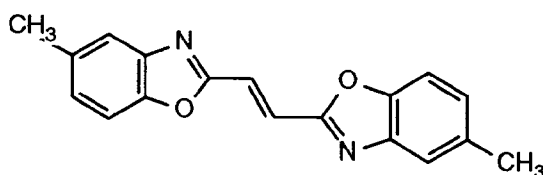
Darüberhinaus besteht die Möglichkeit, die nach dem optischen Aufhellen in dem überkritischen CO₂ verbleibenden Aufheller durch eine Temperatur- und/oder Druckerniedrigung und/oder eine Volumenvergrösserung zu entfernen. Hierbei wandelt sich das überkritische CO₂ in das entsprechende Gas um, das dann aufgefangen wird und erneut nach Ueberführung in den überkritischen Zustand zum Aufhellen von weiteren Substraten verwendet wird. Hierbei scheiden sich die optischen Aufheller in flüssiger oder fester Form ab, und können entsprechend gesammelt und erneut verwendet werden.

Nach dem erfindungsgemässen Verfahren erhält man auf dem Textilmaterial sehr hohe Weisseffekte, die vergleichbar sind mit denen, die nach den in der Textilindustrie üblichen wässrigen Verfahren erzielt werden. Auch die Lichtechtheiten sind den nach üblichen Applikationsverfahren erhaltenen ebenbürtig.

Die nachfolgenden Beispiele erläutern die Erfindung, ohne sie darauf zu beschränken.

Beispiel 1

7,3 mg des optischen Aufhellers der Formel



werden in einem Autoklaven vorgelegt. Ein Streifen Polyestergewebe von 5,16 g wird auf einem Materialträger im Autoklav befestigt. Nach dem Schliessen des Autoklaven werden 360 g CO₂ aus einer Vorratsflasche in den Autoklaven gegeben. Dann wird auf 130° C aufgeheizt, wobei der Druck im Autoklaven auf 220 bar ansteigt. Nach einer Verweilzeit von 30 Minuten bei dieser Temperatur wird die Apparatur abgekühlt und das Polyester-

5

Beispiele 2 bis 9

Arbeitet man wie im Beispiel 1 beschrieben, verwendet jedoch die in der folgenden Tabelle aufgeführten optischen Aufheller, so erhält man ebenfalls Gewebe, die in ihren Eigenschaften den nach üblichen Verfahren aufgehellten entsprechen.

10

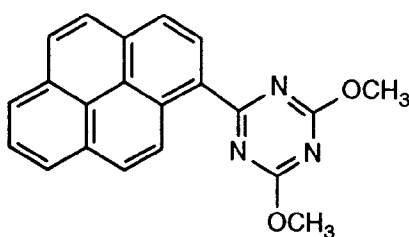
Bsp.

optischer Aufheller

15

20

2



25

30

35

40

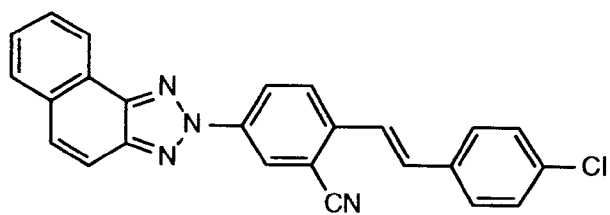
45

50

55

3

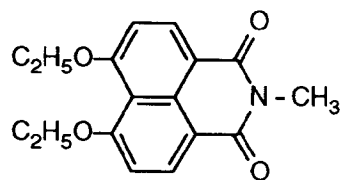
5



4

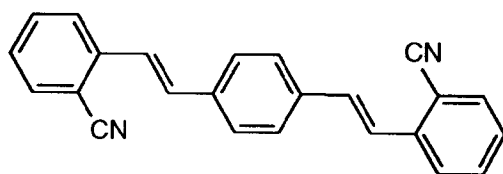
10

15



5

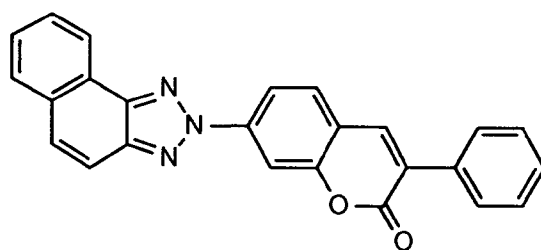
20



6

25

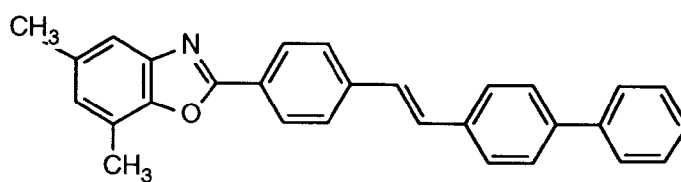
30



7

35

40

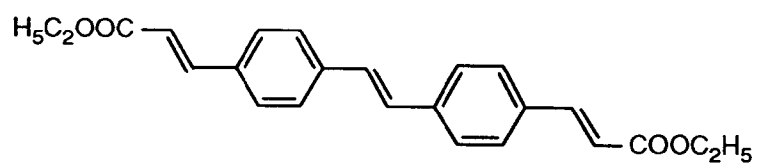


8

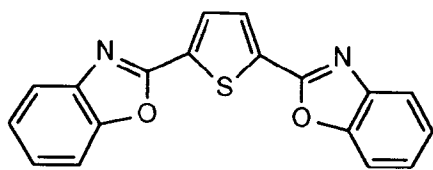
45

50

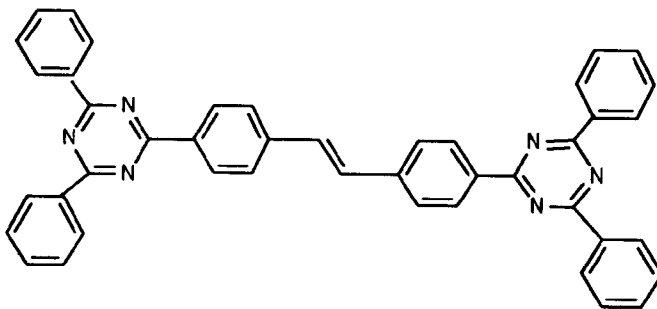
55



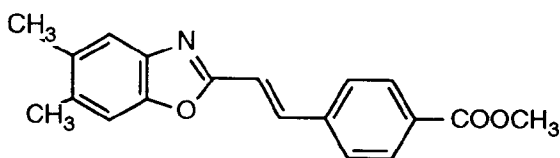
9



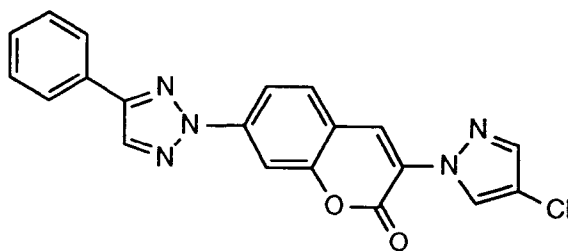
10



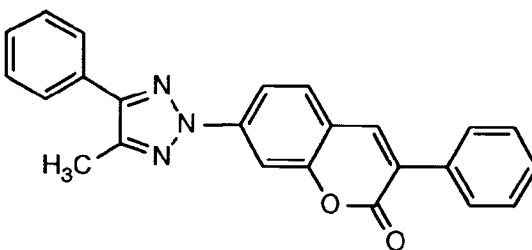
11



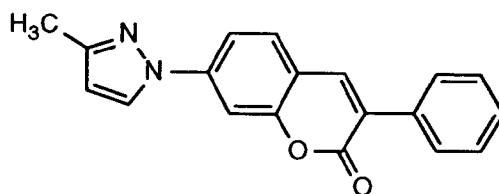
12



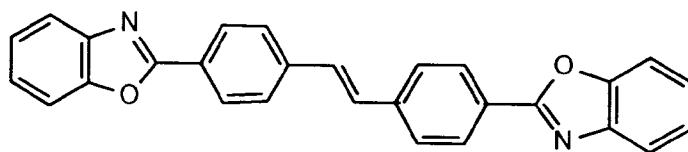
13



14

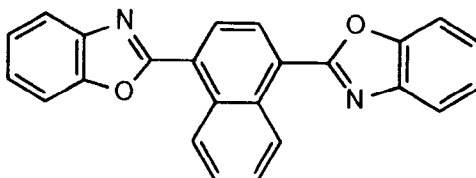


15



5

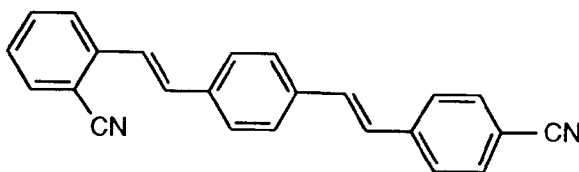
16



10

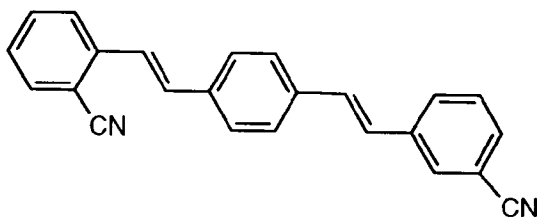
15

17



20

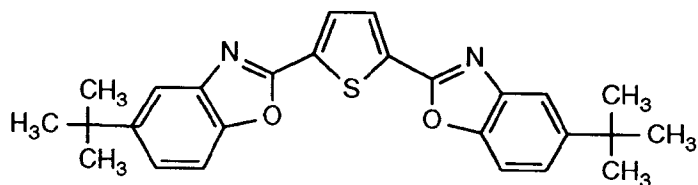
18



25

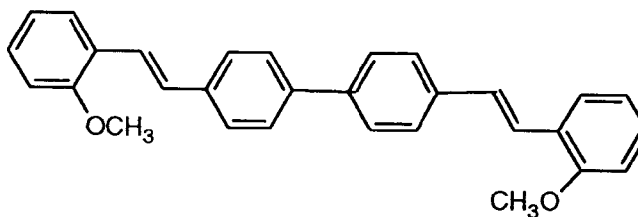
30

19



35

20



40

45

50 Patentansprüche

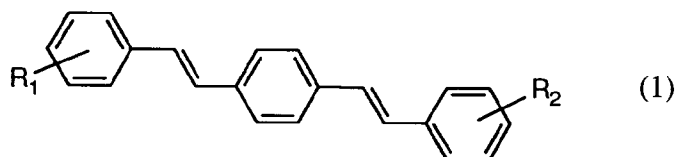
1. Verfahren zum optischen Aufhellen von hydrophobem Textilmaterial mit optischen Aufhellern, dadurch gekennzeichnet, dass man das Textilmaterial in überkritischem Kohlendioxid mit einem optischen Aufheller behandelt.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als optischen Aufheller eine wasserunlösliche Verbindung verwendet, welche zwei gleiche oder verschiedene Reste, ausgewählt aus der Gruppe Styryl, Stilbenyl, Naphthotriazolyl, Benzoxazolyl, Cumarin, Naphthalimid, Pyren und Triazinyl,

55

enthält, die direkt oder über ein Brückenglied, ausgewählt aus der Gruppe Vinylen, Styrylen, Stilbenylen, Thienylen, Phenylen, Naphthylen und Oxadiazolylen, miteinander verbunden sind.

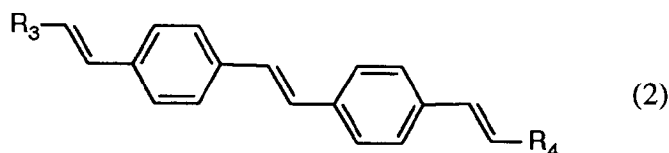
3. Verfahren gemäss Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass man einen optischen Aufheller aus einer der folgenden Klassen verwendet:

a) Distyrylbenzole der Formel



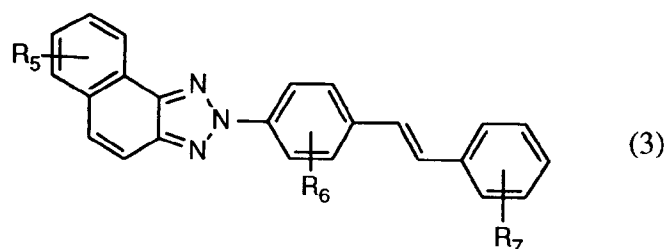
worin R_1 und R_2 unabhängig voneinander je H, CN oder $\text{SO}_2\text{-C}_1\text{-C}_4\text{-Alkyl}$ bedeuten;

b) Vinylstilbene der Formel



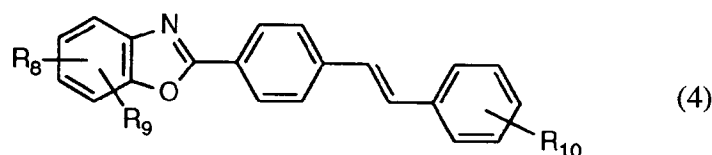
worin R_3 und R_4 unabhängig voneinander je CN oder $\text{COO-C}_1\text{-C}_4\text{-Alkyl}$ bedeuten;

c) Stilben-naphthotriazole der Formel



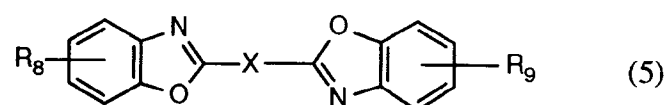
worin R_5 , R_6 und R_7 unabhängig voneinander je H, $\text{C}_1\text{-C}_4\text{-Alkyl}$, Halogen oder CN bedeuten;

d) Stilben-benzoxazole der Formel



worin R_6 und R_9 unabhängig voneinander je H oder $\text{C}_1\text{-C}_6\text{-Alkyl}$ und R_{10} $\text{C}_1\text{-C}_4\text{-Alkyl}$, $\text{C}_1\text{-C}_4\text{-Alkenyl}$, Phenyl oder $\text{C}_1\text{-C}_4\text{-Alkylphenyl}$ bedeuten;

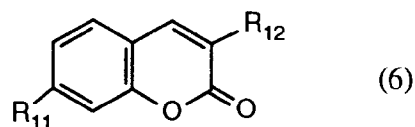
e) Bis-benzoxazole der Formel



worin R_6 und R_9 unabhängig voneinander je H oder $\text{C}_1\text{-C}_6\text{-Alkyl}$ und X Vinylen, Thienylen, Naphthylen, Styrylen oder Stilbenylen bedeutet;

f) Cumarine der Formel

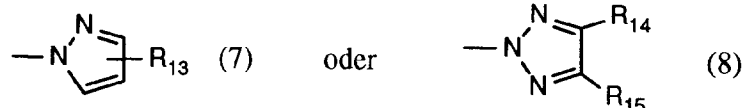
5



10

worin R_{11} und R_{12} unabhängig voneinander je einen Phenyl- oder Pyrazolylrest bedeuten oder einen Rest der Formel

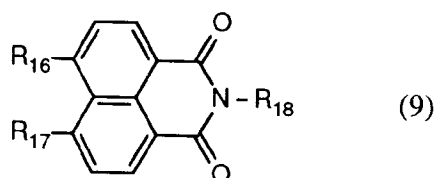
15



20

worin R_{13} C_1 - C_6 -Alkyl, Phenyl oder Halogen und R_{14} und R_{15} unabhängig voneinander je C_1 - C_6 -Alkyl oder -Alkoxy, Phenyl oder Halogen bedeuten oder worin R_{14} und R_{15} zusammen mit den beiden sie verbindenden C-Atomen einen Phenyl- oder Naphthylrest bedeuten;
g) Naphthalimide der Formel

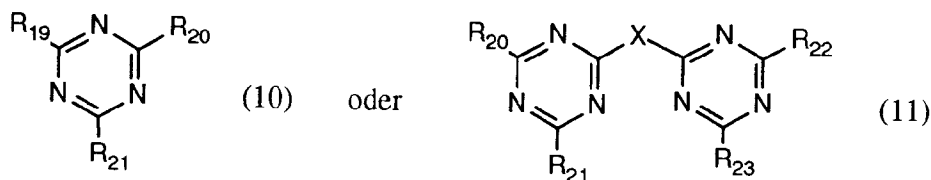
25



30

worin R_{16} , R_{17} und R_{18} unabhängig voneinander je H, C_1 - C_{10} -Alkyl oder -Alkoxy bedeuten;
h) Triazine der Formel

35

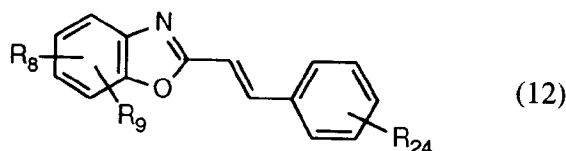


40

worin R_{19} Pyrenyl, R_{20} , R_{21} , R_{22} und R_{23} unabhängig voneinander je C_1 - C_6 -Alkyl oder -Alkoxy, Phenyl, C_1 - C_4 -Alkylphenyl oder C_1 - C_4 -Alkoxyphenyl und X Vinylen, Thienylen, Naphthylen, Styrylen oder Stilbenylen bedeutet;

i) Styrol-benzoxazole der Formel

45

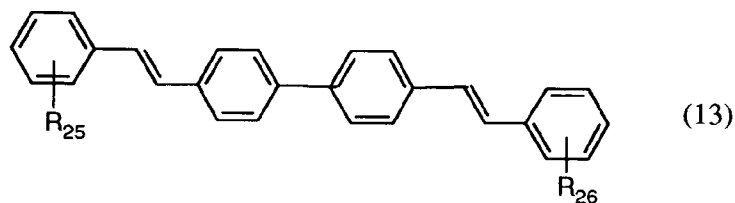


50

worin R_8 und R_9 unabhängig voneinander je H oder C_1 - C_4 -Alkyl und R_{24} CN, Phenyl oder COOC_1 - C_4 -Alkyl bedeuten;

j) Distyryl-biphenyle der Formel

55



worin R_{25} und R_{26} je H, C_1 - C_4 -Alkyl oder -Alkoxy bedeuten.

4. Verfahren gemäss Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man als optischen Aufheller ein Distyrylbenzol der Formel (1) verwendet, worin R_1 und R_2 je CN bedeuten.
5. Verfahren gemäss Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man als optischen Aufheller ein Vinylstilben der Formel (2) verwendet, worin R_3 und R_4 je $COOC_1$ - C_4 -Alkyl bedeuten.
6. Verfahren gemäss Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man als optischen Aufheller ein Stilben-naphthotriazol der Formel (3) verwendet, worin R_5 , R_6 und R_7 unabhängig voneinander je H oder CN bedeuten.
7. Verfahren gemäss Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man als optischen Aufheller ein Stilben-benzoxazol der Formel (4) verwendet, worin R_8 und R_9 unabhängig voneinander je C_1 - C_4 -Alkyl und R_{10} C_1 - C_4 -Alkyl oder Phenyl bedeuten.
8. Verfahren gemäss Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man als optischen Aufheller ein Bis-benzoxazol der Formel (5) verwendet, worin R_8 und R_9 unabhängig voneinander je H oder C_1 - C_4 -Alkyl und X Vinylen, Thienylen, Naphthylen, Styrylen oder Stilbenylen bedeuten.
9. Verfahren gemäss Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man als optischen Aufheller ein Cumarin der Formel (6) verwendet, worin R_{11} Naphthotriazolyl, Phenyltriazolyl, Phenyl-methyltriazolyl oder Methylpyrazolyl und R_{12} Phenyl oder Chlorpyrazolyl bedeuten.
10. Verfahren gemäss Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man als optischen Aufheller ein Naphthalimid der Formel (9) verwendet, worin R_{16} und R_{17} unabhängig voneinander je C_1 - C_4 -Alkoxy und R_{18} C_1 - C_4 -Alkyl bedeuten.
11. Verfahren gemäss Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man als optischen Aufheller ein Triazin der Formel (10) verwendet, worin R_{19} Pyrenyl und R_{20} und R_{21} unabhängig voneinander je C_1 - C_4 -Alkoxy bedeuten, oder der Formel (11), worin R_{20} , R_{21} , R_{22} und R_{23} unabhängig voneinander je Phenyl und X Stilbenylen bedeuten.
12. Verfahren gemäss Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man als optischen Aufheller ein Styrol-benzoxazol der Formel (12) verwendet, worin R_5 und R_9 unabhängig voneinander je C_1 - C_4 -Alkyl und R_{24} $COOC_1$ - C_4 -Alkyl bedeuten.
13. Verfahren gemäss Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man als optischen Aufheller ein Distyrylbiphenyl der Formel (13) verwendet, worin R_{25} und R_{26} unabhängig voneinander je C_1 - C_4 -Alkoxy bedeuten.
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass man einen optischen Aufheller einsetzt, der frei von Zusätzen, insbesondere frei von Stellmitteln und Dispergiermitteln, ist.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass man bei Temperaturen zwischen etwa 90°C und etwa 200°C, vorzugsweise zwischen etwa 100°C und etwa 150°C, optisch aufhellt.
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass man bei einem Druck zwischen etwa 73 bar und etwa 400 bar, vorzugsweise zwischen etwa 150 bar und etwa 250 bar, optisch aufhellt.
17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass man das Substrat in einem

Flottenverhältnis zwischen etwa 1 : 2 bis etwa 1 : 100, vorzugsweise zwischen etwa 1 : 5 und etwa 1 : 75, optisch aufhellt.

- 5 **18.** Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass man nach dem optischen Aufhellen das verwendete überkritische CO₂ reinigt und erneut zum Aufhellen verwendet.
- 10 **19.** Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, dass man das überkritische CO₂ mittels eines Filters reinigt.
- 10 **20.** Verfahren nach Anspruch 18 oder 19, dadurch gekennzeichnet, dass man das überkritische CO₂ durch eine Temperatur- und/oder Druckerniedrigung und/oder Volumenvergrößerung reinigt.
- 15 **21.** Anwendung des Verfahrens gemäss einem der Ansprüche 1 bis 20 zum optischen Aufhellen von Textilmaterial aus Polyester.
- 15 **22.** Das nach dem Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1 bis 21 optisch aufgehellte Textilmaterial.

20

25

30

35

40

45

50

55



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 92 81 0877

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
Y	DE-A-3 906 724 (DEUTSCHES TEXTILFORSCHUNGSZENTRUM NORD-WEST EV) * das ganze Dokument *	1-22	D06L3/12
Y	JOURNAL OF ORGANIC CHEMISTRY Bd. 49, Nr. 26, 1984, EASTON US Seiten 5097 - 5101W HYATT 'Liquid and Supercritical Carbon Dioxide as Organic Solvents' * das ganze Dokument *	1-22	
Y	EP-A-0 323 399 (CIBA) * das ganze Dokument *	1-22	
Y	EP-A-0 328 485 (CIBA) * das ganze Dokument *	1-22	
A	DE-A-3 904 514 (ÖFFENTLICHE PRÜFSTELLE UND TEXTILINSTITUT FÜR VERTRAGSFORSCHUNG) * das ganze Dokument *	1	
A	DE-A-3 906 735 (DEUTSCHES TEXTILFORSCHUNGSZENTRUM NORD-WEST EV) * das ganze Dokument *	1	
A	DE-A-4 004 111 (DEUTSCHES TEXTILFORSCHUNGSZENTRUM NORD-WEST EV) * das ganze Dokument *	1	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 15 FEBRUAR 1993	Prüfer DELZANT J-F.
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, 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			

EPO FORM 1503 03.82 (P0403)