



(19)

Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

EP 0 864 687 A2

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:  
16.09.1998 Patentblatt 1998/38

(51) Int Cl. 6: D06P 1/642, D06P 3/52

(21) Anmeldenummer: 98810183.8

(22) Anmeldetag: 04.03.1998

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC  
NL PT SE

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL LT LV MK RO SI

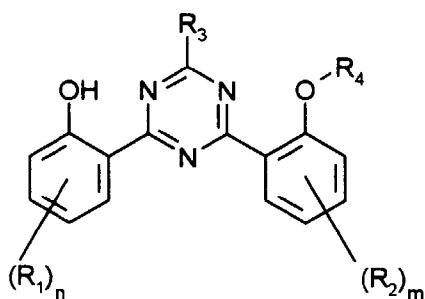
(30) Priorität: 11.03.1997 CH 583/97

(71) Anmelder: Ciba Specialty Chemicals Holding Inc.  
4057 Basel (CH)

(72) Erfinder: Fuso, Francesco  
4106 Therwil (CH)

(54) **Verfahren zur Verbesserung der photochemischen Stabilität von Färbungen und Drucken auf Polyesterfasern**

(57) Verfahren zur photochemischen Stabilisierung von Färbungen und Drucken auf Polyesterfasermaterial, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass man das Polyesterfasermaterial mit einer Verbindung der Formel



(1),

worin R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, n und m die in Anspruch 1 angegebene Bedeutungen haben, behandelt.

Das behandelte gefärbte oder bedruckte Polyesterfasermaterial zeichnet sich durch eine gute Licht- und Wärmeechtheit und weist einen hohen Sonnenschutzfaktor auf.

**Beschreibung**

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur photochemischen und thermischen Stabilisierung von Färbungen und Drucken auf Polyesterfasermaterialien und polyesterenthaltenden Mischfasern.

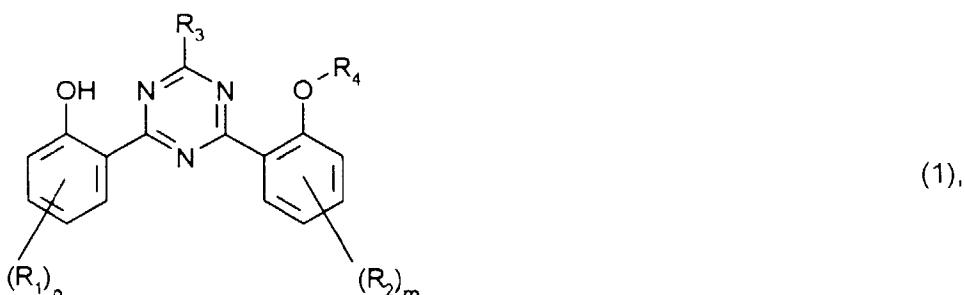
5 Gefärbtes oder bedrucktes Polyesterfasermaterial kann unter Lichteinfluss und insbesondere bei gleichzeitiger Wärmeeinwirkung geschädigt werden. Für den Einsatz im Automotive--Sektor ist beispielsweise ein wirkungsvoller Schutz dieser gefärbten Fasermaterialien vor UV-Strahlung unerlässlich.

Lichtschutzmittel für Polyesterfasermaterialien auf Triazinbasis sind bekannt. Die Schutzwirkung dieser Verbindungen genügt aber den heutigen Anforderungen, insbesondere im Automotive-Sektor, nicht vollumfänglich.

10 Es besteht daher weiterhin ein Bedarf nach einem besseren Schutz dieser Färbungen und Drucke.

Es wurde nun gefunden, dass man mit bestimmten Derivaten des 2-(2'-Hydroxyphenyl)-s-triazines einen sehr guten Schutz von Färbungen und Drucken auf Polyestermaterialien erreichen kann.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein Verfahren zur photochemischen Stabilisierung von Färbungen und Drucken auf Polyesterfasermaterial, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass man das Polyesterfasermaterial mit einer Verbindung der Formel



worin

30  $R_1$  und  $R_2$ , unabhängig voneinander, Wasserstoff;  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl;  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy, Halogen, Allyloxy oder Benzyloxy bedeuten,

$R_3$  ein unsubstituiertes oder durch  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy substituiertes  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl ist,

35  $R_4$  Wasserstoff, ein unsubstituiertes oder durch Phenyl substituiertes  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl oder Allyl ist, und  $n$  und  $m$  unabhängig voneinander 1, 2 oder 3 sind, behandelt.

$R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$  und  $R_4$  als  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl sind Methyl, Ethyl, Propyl, i-Propyl, n-Butyl, sec.-Butyl, i-Butyl oder tert. Butyl.

$R_1$ ,  $R_2$  und  $R_3$  als  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy sind z.B. Methoxy, Ethoxy, Propoxy, i-Propoxy oder Butoxy.

40 Phenyl als Substituent in  $R_4$  und die Phenylreste in Benzyloxy als Substituenten in  $R_1$  und  $R_2$  können weiter einmal oder mehrmals substituiert sein durch  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy oder Halogen.

Bevorzugt für das erfindungsgemäße Verfahren sind Verbindungen der Formel (1), worin  $R_1$  und  $R_2$  voneinander unabhängig Wasserstoff oder  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy sind.

Ebenfalls bevorzugt für das erfindungsgemäße Verfahren sind Verbindungen der Formel (1), wenn  $R_3$  Methyl, Ethyl oder n-Butyl ist.

45 Ebenfalls bevorzugt für das erfindungsgemäße Verfahren sind Verbindungen der Formel (1), wenn  $n$  2 und insbesondere 1 ist.

Ebenfalls bevorzugt für das erfindungsgemäße Verfahren sind Verbindungen der Formel (1), worin  $m$  1 ist.

Besonders bevorzugt für das erfindungsgemäße Verfahren sind Verbindungen der Formel (1), worin  $R_1$  und  $R_2$  voneinander unabhängig  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy in Position 4 auf dem Phenylring sind.

50 Ebenfalls besonders bevorzugt für das erfindungsgemäße Verfahren sind Verbindungen der Formel (1), wenn  $R_3$  Methyl oder n-Butyl ist.

Ebenfalls besonders bevorzugt für das erfindungsgemäße Verfahren sind Verbindungen der Formel (1), worin  $R_4$  Wasserstoff ist.

55 Ganz besonders bevorzugt für das erfindungsgemäße Verfahren sind Verbindungen der Formel (1), worin  $R_1$  4-Methoxy und  $R_2$  4-Methoxy sind.

Die Verbindungen der Formel (1) sind z.B. aus US-A-3,896,125 bekannt oder können nach bekannten Methoden hergestellt werden.

Die erfindungsgemäss verwendeten Verbindungen werden in einer Menge von 0,01 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise

0,1 bis 3 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des Fasermaterials, eingesetzt.

Die erfindungsgemäss verwendeten Verbindungen sind in Wasser schwerlöslich und werden daher vorteilhaftweise in dispergierter Form appliziert. Dazu werden sie mit einem entsprechenden Dispergator mit Hilfe von z.B. Quarzkugeln und einem Schnellrührgerät auf eine Feinheit von 1-2 mm gemahlen.

5 Als Dispergatoren für die Verbindungen der Formel (1) kommen z.B. in Betracht:

- saure Ester oder deren Salze von Alkylenoxidaddukten, wie z.B. saure Ester oder deren Salze eines Polyadduktes von 4 bis 40 Mol Ethylenoxid an 1 Mol eines Phenols, oder Phosphorsäureester der Addukte von 6 bis 30 Mol Ethylenoxid an 1 Mol 4-Nonylphenol, 1 Mol Dinonylphenol oder besonders an 1 Mol von Verbindungen, die durch Anlagerung von 1 bis 3 Mol von gegebenenfalls substituierten Styrolen an 1 Mol Phenol hergestellt werden,
- Polystyrolsulfonate,
- Fettsäuretauride,
- alkylierte Diphenyloxid-mono- oder -di-sulfonate,
- Sulfonate von Polycarbonsäureestern,
- mit einer organischen Dicarbonsäure, oder einer anorganischen mehrbasischen Säure in einen sauren Ester übergeführte Anlagerungsprodukte von 1 bis 60, vorzugsweise 2 bis 30 Mol Ethylenoxid und/oder Propylenoxid an Fettamine, Fettamide, Fettsäuren oder Fettalkohole mit je 8 bis 22 Kohlenstoffatomen oder an drei- bis sechswertige Alkanole mit 3 bis 6 Kohlenstoffatomen,
- Ligninsulfonate, und ganz besonders
- Formaldehyd-Kondensationsprodukte wie z.B. Kondensationsprodukte von Ligninsulfonaten und/oder Phenol und Formaldehyd, Kondensationsprodukte von Formaldehyd mit aromatischen Sulfonsäuren, wie Kondensationsprodukte von Ditolyethersulfonaten und Formaldehyd, Kondensationsprodukte von Naphthalinsulfosäure und/oder Naphthol- oder Naphthylaminosulfosäuren mit Formaldehyd, Kondensationsprodukte von Phenolsulfosäuren und/oder sulfonierte Dihydroxydiphenylsulfon und Phenolen bzw. Kresolen mit Formaldehyd und/oder Harnstoff sowie Kondensationsprodukte von Diphenyloxid-disulfonsäure- Derivaten mit Formaldehyd.

Als Farbstoffe kommen in Wasser nur gering lösliche Dispersionsfarbstoffe in Betracht. Sie liegen deshalb in der Färbeflotte zum grössten Teil in Form einer feinen Dispersion vor. Sie können verschiedenen Farbstoffklassen angehören, beispielsweise den Acridon-, Azo-, Anthrachinon-, Cumarin-, Methin-, Perinon-, Naphthochinonimin-, Chinoxanthin-, Styryl-, oder Nitrofarbstoffen. Es können auch Mischungen von Dispersionsfarbstoffen erfindungsgemäss eingesetzt werden.

Als Polyesterfasermaterial, das gefärbt oder bedruckt und mit den Verbindungen der Formel (1) behandelt werden kann, sind z.B. Celluloseesterfasern, wie z.B. Cellulose-24-acetatafase und -triacetatafase und besonders lineare Polyesterfasern, die eventuell auch sauer modifiziert sind, 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 Fasem aus Mischpolymeren von Terephthal- und Isophthalsäure und Ethylenglykol. Das in der Industrie bisher fast ausschliesslich eingesetzte lineare Polyesterfasermaterial (PES) besteht aus Terephthalsäure und Ethylenglykol.

Die Fasermaterialien können auch als Mischgewebe unter sich oder mit anderen Fasem, z.B. Mischungen aus Polyacrylnitril/Polyester, Polyamid/Polyester, Polyester/Baumwolle, Polyester/Viskose und Polyester/Wolle, verwendet werden und nach bekannten Verfahren diskontinuierlich oder kontinuierlich gefärbt oder auch bedruckt werden.

Das Polyesterfasermaterial kann in verschiedenen Aufmachungsformen vorliegen. Vorzugsweise kommt Stückware, wie Gewirke, Faserverbund oder Gewebe, oder auch Gam auf Kreuzspulen, Kettbäumen usw. in Betracht.

Gut geeignet für das erfindungsgemässen Verfahren sind ferner Polyester-Textilgewebe und Textilmischgewebe enthaltend Polyesterfasern im Oberbekleidungssektor, die lichtdurchlässig sind. Werden solche Textilien nach dem erfindungsgemässen Verfahren behandelt, können sie das unter dem transparenten Oberbekleidungsstoff befindliche Hautgewebe vor dem schädigenden Einfluss der UV-Strahlung schützen.

Die Färbungen erfolgen aus wässriger Flotte nach einem kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Verfahren. Beim diskontinuierlichen Verfahren (Ausziehverfahren) kann das Flottenverhältnis in einem weiten Bereich gewählt werden, z.B. 1:4 bis 1:100, vorzugsweise 1:6 bis 1:50. Die Temperatur, bei der gefärbt wird, beträgt mindestens 50°C und in der Regel ist sie nicht höher als 140°C. Vorzugsweise liegt sie im Bereich von 80 bis 135°C.

Bei kontinuierlichen Färbeverfahren werden die Färbeflossen, die neben den Farbstoffen gegebenenfalls weitere Hilfsmittel enthalten können, auf das Stückmaterial durch beispielsweise Foulardieren oder Pflatschen aufgebracht und mittels Thermofixier- oder HT-Dämpfprozessen entwickelt.

55 Lineare Polyesterfasern und Cellulosefasem färbt man vorzugsweise nach dem sogenannten Hochtemperaturverfahren in geschlossenen und druckbeständigen Apparaten bei Temperaturen >100°C, bevorzugt zwischen 110° und 135°C und gegebenenfalls unter Druck. Als geschlossene Gefässe eignen sich beispielsweise Zirkulationsapparaturen, wie Kreuzspul- oder Baumfärbbeapparate, Haspelkufen, Düsen- oder Trommelfärbemaschinen, Muff-Färbe-

apparate, Paddeln oder Jigger.

Cellulose-24-acetatfasern färbt man vorzugsweise bei Temperaturen von 80-85°C.

Werden die erfindungsgemäßen UV-Absorber in der Färbeapplikation eingesetzt, so erfolgt die Anwendung so, dass man das Fasermaterial zunächst mit diesen Verbindungen behandelt und anschliessend die Färbung durchführt oder vorzugsweise gleichzeitig das Fasermaterial mit dem UV-Absorber und dem Farbstoff im Färbebad behandelt. Die Applikation des UV-Absorbers kann jedoch auch nachträglich auf die fertig hergestellte Färbung mittels Thermo-fixierung, z.B. bei 190 bis 230°C in einem Zeitraum von 30 Sekunden bis 5 Minuten erfolgen.

Die Färbeflossen können auch weitere Zusätze, wie z.B. Färbereihilfsmittel, Dispergiermittel, Carrier, Wollschutz- und Netzmittel sowie auch Entschäumer enthalten.

Die Färbebäder können desweiteren Mineralsäuren, wie z.B. Schwefelsäure oder Phosphorsäure, oder zweckmässigerweise organische Säuren, zum Beispiel aliphatische Carbonsäuren wie Ameisensäure, Essigsäure, Oxalsäure oder Zitronensäure und/oder Salze wie Ammoniumacetat, Ammoniumsulfat oder Natriumacetat enthalten. Die Säuren dienen vor allem der Einstellung des pH-Wertes der erfindungsgemäss verwendeten Flotten, der zwischen vorzugsweise 4 und 5 liegt.

Vorzugsweise lässt man das Fasermaterial während 5 Minuten bei 40 bis 80°C im Bad, das den Farbstoff, den UV-Absorber und gegebenenfalls weitere Zusätze enthält und auf einen pH-Wert von 4,5 bis 5,5 eingestellt ist, vorlaufen, erhöht die Temperatur innerhalb von 10 bis 20 Minuten auf 125 bis 130°C und behandelt für 15 bis 90 Minuten, vorzugsweise 30 Minuten, bei dieser Temperatur weiter.

Die Fertigstellung der Färbungen erfolgt durch Abkühlen der Färbeflotte auf 50 bis 80°C, Spülen der Färbungen mit Wasser und gegebenenfalls durch Reinigung auf übliche Weise im alkalischen Medium unter reduktiven Bedingungen. Die Färbungen werden dann wiederum gespült und getrocknet. Bei Verwendung von Küpenfarbstoffen für den Celluloseanteil wird die Ware auf übliche Weise zuerst mit Hydrosulfit bei einem pH-Wert von 6 bis 12,5 und dann mit einem Oxidationsmittel behandelt und schliesslich ausgewaschen.

Für die Herstellung von Drucken werden die erfindungsgemäss verwendeten UV-Absorber in Form ihrer wässrigen Dispersionen zweckmässigerweise den Druckpasten beigemischt.

Die Druckpaste enthält dabei den entsprechenden UV-Absorber in Mengen von 0,01 bis 5 Gew.%, vorzugsweise 0,1 bis 3 Gew.%, bezogen auf das Gewicht der Druckpaste. Die UV-Absorber können aber bereits bei der Druckbodenvorbereitung, z.B. nach dem Thermofixierverfahren, appliziert werden.

Die Menge der Farbstoffe, die den Druckpasten zugesetzt werden, richtet sich nach der gewünschten Farbnuance; im allgemeinen haben sich Mengen von 0,01 bis 15, vorzugsweise 0,02 bis 10 Gewichtsprozent, bezogen auf das eingesetzte Textilmaterial, bewährt.

Die Druckpasten enthalten neben den Farbstoffen und der wässrigen UV-Absorber-Dispersion zweckmässigerweise säurestabile Verdickungsmittel, vorzugsweise natürlicher Herkunft wie Kemmehlabkömmlinge, insbesondere Natriumalginat für sich allein oder im Gemisch mit modifizierter Cellulose, insbesondere mit vorzugsweise 20 bis 25 Gewichtsprozent Carboxymethylcellulose. Daneben können die Druckpasten noch Säurespender, wie Butyrolacton oder Natriumhydrogenphosphat, Konservierungsmittel, Sequestriermittel, Emulgatoren, wasserunlösliche Lösungsmittel, Oxidationsmittel oder Entlüftungsmittel enthalten.

In Betracht kommen als Konservierungsmittel vor allem formaldehydabgebende Mittel, wie z.B. Paraformaldehyd oder Trioxan, vor allem wässrige, etwa 30 bis 40-gewichtsprozentige Formaldehydlösungen; als Sequestriermittel z.B. nitrilotriessigsäures Natrium, ethylendiamintetraessigsäures Natrium, vor allem Natrium-Polymetaphosphat, insbesondere Natrium-Hexamethaphosphat; als Emulgatoren vor allem Addukte aus einem Alkylenoxid und einem Fettalkohol, insbesondere einem Addukt aus Oleylalkohol und Ethylenoxid; als wasserunlösliche Lösungsmittel hochsiedende, gesättigte Kohlenwasserstoffe, vor allem Paraffine mit einem Siedebereich von etwa 160 bis 210°C (sogenannte Lackbenzine); als Oxidationsmittel z.B. eine aromatische Nitroverbindung, vor allem eine aromatische Mono- oder Dinitrocobensäure oder -sulfonsäure, die gegebenenfalls als Alkylenoxidaddukt vorliegt, insbesondere eine Nitrobenzolsulfonsäure; und als Entlüftungsmittel z.B. hochsiedende Lösungsmittel, vor allem Terpentinöle, höhere Alkohole, vorzugsweise C<sub>8</sub>- bis C<sub>10</sub>-Alkohole, Terpenalkohole oder Entlüftungsmittel auf Basis von Mineral- und/oder Silikonölen, insbesondere Handelsformulierungen aus etwa 15 bis 25 Gewichtsprozent eines Mineral- und Silikonölgemisches und etwa 75 bis 85 Gewichtsprozent eines C<sub>8</sub>-Alkohols wie z.B. 2-Ethyl-n-hexanol.

Beim Bedrucken der Fasermaterialien wird die Druckpaste ganzflächig oder stellenweise direkt auf das Fasermaterial aufgebracht, wobei zweckmässigerweise Druckmaschinen üblicher Bauart, z.B. Tiefdruck-, Rotationssiebdruck-, Flachfilmdruck- oder Inkjetmaschinen eingesetzt werden.

Das Fasermaterial wird nach dem Bedrucken bei Temperaturen bis 150°C, vorzugsweise 80° bis 120°C getrocknet.

Anschliessend erfolgt die Fixierung des Materials durch eine Wärmebehandlung bei Temperaturen von vorzugsweise 100° bis 220°C. Die Wärmebehandlung erfolgt im allgemeinen mit überhitztem Wasserdampf unter Druck.

Je nach Temperatur kann die Fixierung 20 Sekunden bis 12 Minuten, vorzugsweise 4 bis 8 Minuten erfolgen.

Die Fertigstellung der Drucke erfolgt ebenfalls auf übliche Weise durch Spülen mit Wasser und kann gegebenenfalls durch zusätzliche Reinigung im alkalischen Medium unter reduktiven Bedingungen, z.B. mittels Natriumdithionit

vorgenommen werden. Im letzteren Fall werden die Drucke wiederum gespült, entwässert und getrocknet.

Mit dem erfindungsgemässen Verfahren lassen sich hochlichtechte und sublimationsbeständige Polyester-Färbungen und Drucke erzielen. Eine gezielte Vor- oder Nachbehandlung des Fasermaterials ist mit dem erfindungsgemässen Verfahren nicht erforderlich.

5 Die mit dem erfindungsgemässen Verfahren behandelten Polyesterfasermaterialien zeichnen sich auch durch einen sehr hohen Sonnenschutzfaktor aus.

Die Verwendung der Verbindungen der Formel (1) als Mittel zur Erhöhung des Sonnenschutzfaktors von gefärbten oder bedruckten Polyesterfasermaterialien stellt somit einen weiteren Gegenstand der vorliegenden Erfindung dar.

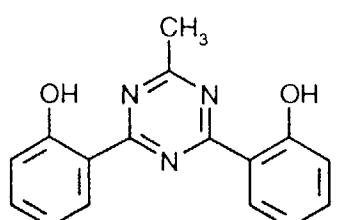
10 Die Bestimmung des Sonnenschutzfaktors kann z.B. nach der von B. L. Diffey und J. Robson in J. Soc. Cosmet. Chem. 40, 127-133 (May/June 1989) beschriebenen Methode erfolgen.

Die nachfolgenden Beispiele dienen der Veranschaulichung der Erfindung. Darin sind die Teile Gewichtsteile und die Prozente Gewichtsprozente. Die Temperaturen sind in Celsiusgraden angegeben. Die Beziehung zwischen Gewichtsteilen und Volumenteilen ist dieselbe wie diejenige zwischen Gramm und Kubikzentimeter.

15 Beispiel 1:

(a) 5 Gewichtsteile der Verbindung der Formel

20



(10)

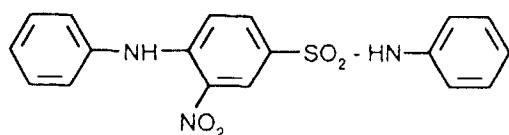
25

werden in einer mit einem Rührer versehenen Laborapparatur mit 2,5 Gewichtsteilen eines Kondensationsproduktes aus Naphthalinsulfinsäure und Formaldehyd als Dispergator, welches in 15 ml Wasser gelöst ist, mit 25 Gewichtsteilen Quarzkügelchen versetzt bei ca. 1600 Umdrehungen/Minute so lange gemahlen, bis eine Teilchengröße unter 2 µm resultiert. Die Dispersion wird anschliessend von den Quarzkügelchen abgetrennt. Durch Zugabe von Wasser wird der Gehalt von der Verbindung der Formel (10) auf 10 Gewichtsprozent, bezogen auf die Formulierung, eingestellt.

30 (b) Ein Stück von 10 g Polyestertrikot, wird in einer Hochtemperaturfärbearrapparatur (Turbomat® der Firma Mathis, Niederhasli, CH) mit einem Flottenverhältnis von 1:10 gefärbt. Die wässrige Färbeflotte enthält pro 1 l der Flotte

40  
45 2 g Ammoniumsulfat,  
0,5 g eines handelsüblichen Egalisierhilfsmittels,  
0,5 g der unter (a) hergestellten Formulierung der Verbindung der Formel (10),  
0,83 g einer Farbstoffmischung enthaltend  
0,28 g des Farbstoffes der Formel

45



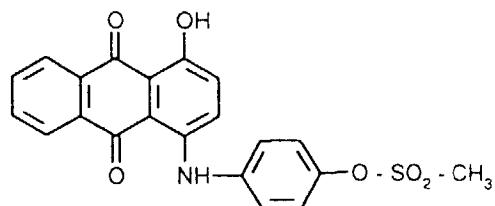
(50),

50

0,26 g des Farbstoffes der Formel

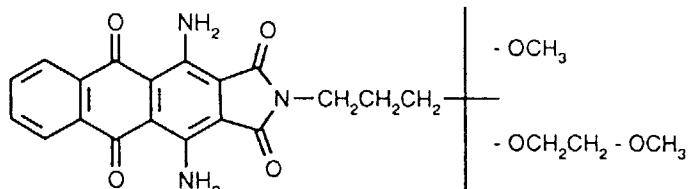
55

5 (51),

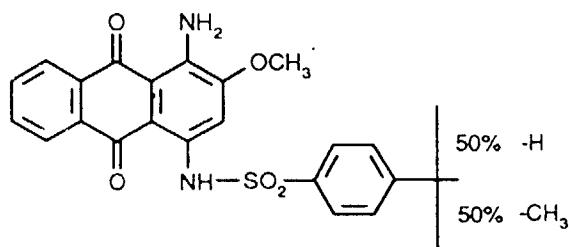


10 0,16 g des Farbstoffes der Formel

15 (52)

20 und  
0,13 g des Farbstoffes der Formel

25 (53).



35 Die Färbeflotte wird mit Essigsäure auf einen pH-Wert von 5 eingestellt, homogenisiert und mit dem Polyestertrikot in die Hochtemperaturfärbeapparatur gegeben und auf 70° C und anschliessend innerhalb von 30 Minuten auf 130° C aufgeheizt. Bei dieser Temperatur wird das Polyestertrikot 60 Minuten gefärbt.

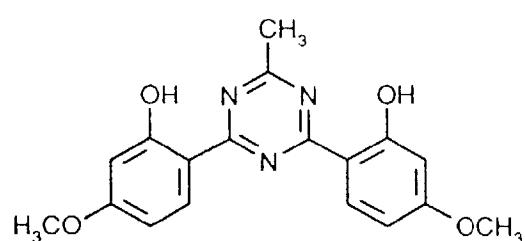
30 Anschliessend wird die Flotte auf 75°C abgekühlt, das gefärbte Polyestertrikot mit heissem und kaltem Wasser gespült und einer reduktiven Reinigung durch Behandlung mit einer Flotte enthaltend 3 ml/l einer 30%-igen wässrigen Lösung von NaOH und 2 g/l Natriumdithionit, während 20 Minuten bei 70° C unterzogen.

40 Danach wird das Polyestertrikotstück mit warmem und kaltem Wasser gespült, zentrifugiert und bei 80° C getrocknet. Man erhält ein grau gefärbtes Polyestertrikot mit guten Allgemeinechtheiten, insbesondere einer sehr guten Heisslichtechtheit.

Beispiel 2:

45 (c) Man verfährt wie im Beispiel 1 (a) angegeben, verwendet aber anstatt 5 Gewichtsteile der Verbindung der Formel (10) die gleiche Menge der Verbindung der Formel

50 (11).



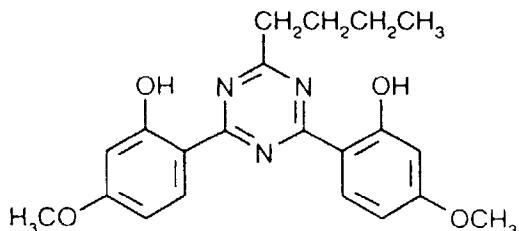
55 (d) Verfährt man wie im Beispiel 1 (b) angegeben, verwendet aber anstatt 0,5 g der Formulierung enthaltend die

Verbindung der Formel (10) die gleiche Menge einer unter (c) beschriebenen Formulierung der Verbindung der Formel (11) erhält man ebenfalls ein grau gefärbtes Polyestertrikot mit guten Allgemeinechtheiten, insbesondere einer sehr guten Heisslichtechtheit.

5 Beispiel 3:

(e) Man verfährt wie im Beispiel 1 (a) angegeben, verwendet aber anstatt 5 Gewichtsteile der Verbindung der Formel (10) die gleiche Menge der Verbindung der Formel

10



(12).

(f) Verfährt man wie im Beispiel 1 (b) angegeben, verwendet aber anstatt 0,5 g der Formulierung enthaltend die Verbindung der Formel (10) die gleiche Menge einer unter (e) beschriebenen Formulierung der Verbindung der Formel (12) erhält man ebenfalls ein grau gefärbtes Polyestertrikot mit guten Allgemeinechtheiten, insbesondere einer sehr guten Heisslichtechtheit.

Beispiel 4:

30 Grau gefärbte Polyestertrikots mit guten Allgemeinechtheiten, insbesondere einer sehr guten Heisslichtechtheit resultieren ebenfalls aus Färbeverfahren gemäss Beispiel 1, wenn man anstatt 0,5 g der Verbindung der Formel (10) jeweils 0,5 g der folgenden in der Tabelle 1 aufgeführten Verbindungen verwendet.

35

40

45

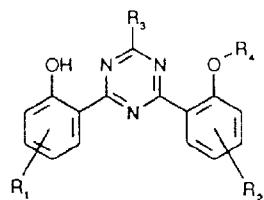
50

55

Tabelle 1

5

10



15

20

25

R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>
H	H	n-Butyl	H
4-Benzyl	4-Benzyl	Methyl	H
4-Allyl	4-Allyl	Methyl	H
3,5-Dimethyl	H	i-Propyl	Methyl
3,5-Dimethyl	5-Cl	Ethyl	H
4-Methoxy	H	n-Butyl	H
H	5-Cl	Methyl	H

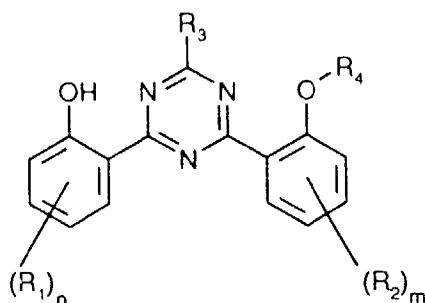
30

## Patentansprüche

35 1. Verfahren zur photochemischen Stabilisierung von Färbungen und Drucken auf Polyesterfasermaterial, dadurch gekennzeichnet, dass man das Polyesterfasermaterial mit einer Verbindung der Formel

40

45



(1),

50

worin

55 R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub>, unabhängig voneinander, Wasserstoff; C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl; C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, Halogen, Allyloxy oder Benzyloxy bedeuten,

R<sub>3</sub> ein unsubstituiertes oder durch C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy substituiertes C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl ist,

R<sub>4</sub> Wasserstoff, ein unsubstituiertes oder durch Phenyl substituiertes C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl oder Allyl ist, und n und m unabhängig voneinander 1, 2 oder 3 sind,

behandelt.

2. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man das Polyesterfasermaterial mit einer Verbindung der Formel (1), worin R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> voneinander unabhängig Wasserstoff oder C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy sind, behandelt.

5 3. Verfahren gemäss Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass man das Polyesterfasermaterial mit einer Verbindung der Formel (1), worin R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> voneinander unabhängig C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy in Position 4 auf dem Phenylring sind, behandelt.

10 4. Verfahren gemäss Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man das Polyesterfasermaterial mit einer Verbindung der Formel (1), worin R<sub>1</sub> 4-Methoxy und R<sub>2</sub> 4-Methoxy sind, behandelt.

15 5. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass man das Polyesterfasermaterial mit einer Verbindung der Formel (1), worin R<sub>3</sub> Methyl, Ethyl oder n-Butyl ist, behandelt.

16 6. Verfahren gemäss Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass man das Polyesterfasermaterial mit einer Verbindung der Formel (1), worin R<sub>3</sub> Methyl oder n-Butyl ist, behandelt.

20 7. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass man das Polyesterfasermaterial mit einer Verbindung der Formel (1), worin R<sub>4</sub> Wasserstoff ist, behandelt.

8. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass man das Polyesterfasermaterial mit einer Verbindung der Formel (1), worin n 2 und insbesondere 1 ist, behandelt.

25 9. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass man das Polyesterfasermaterial mit einer Verbindung der Formel (1), worin m 1 ist, behandelt.

30 10. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man das Polyesterfasermaterial mit einer Verbindung der Formel (1), worin R<sub>1</sub> Wasserstoff, Methyl, Methoxy, Allyloxy oder Benzyloxy, R<sub>2</sub> Wasserstoff, Chlor, Methoxy, Allyloxy oder Benzyloxy, R<sub>3</sub> Methyl, Ethyl, i-Propyl oder n-Butyl, und R<sub>4</sub> Wasserstoff oder Methyl sind, behandelt.

35 11. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man 0,01 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des Fasermaterials, der Verbindung der Formel (1) verwendet.

12. Verwendung von Verbindungen der Formel (1) gemäss Anspruch 1 als Stabilisatoren für Färbungen und Drucken auf Polyesterfasermaterial gegen Schädigung durch Licht, Sauerstoff und/oder Wärme.

40 13. Verwendung von Verbindungen der Formel (1) gemäss Anspruch 1 zur Erhöhung des Sonnenschutzfaktors von gefärbtem oder bedrucktem Polyesterfasermaterial.

45

50

55