

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 469 121 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:

20.10.2004 Patentblatt 2004/43

(51) Int Cl.7: **D06P 1/651, D06P 1/613**

(21) Anmeldenummer: **03004513.2**

(22) Anmeldetag: **28.02.2003**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IT LI LU MC NL PT SE SI SK TR**

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL LT LV MK RO

(71) Anmelder: **Dr. Th. Böhme KG Chem. Fabrik GmbH
& Co.**

82538 Geretsried (DE)

(72) Erfinder:

- **Rehn, Susanne Dr.**
80636 München (DE)

• **Franz, Petra**

82549 Königsdorf (DE)

• **Weich, Gerhard**

83617 Benediktbeuern (DE)

• **Höhn, Wolfgang**

82515 Wolfratshausen (DE)

(74) Vertreter: **Störle, Christian, Dr. et al**

Geyer, Fehners & Partner,

Perhamerstrasse 31

80687 München (DE)

(54) **Egalisierungsmittel**

(57) Beschrieben wird eine Zusammensetzung, die als Egalisierungsmittel geeignet ist, umfassend (a) 10 Gew.-% bis 25 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, Benzylbenzoat; (b) Umsetzungsprodukt von unsubstituiertem oder mit Halogen, OH, C₁-C₄-Alkoxy, NH₂ und/oder NO₂ substituiertem Phenol mit Alkylenoxid im Molverhältnis 1:1 bis 1:4 und (c) Ester des Umsetzungsproduktes (b) mit unsubstituierter oder mit Halogen, OH,

C₁-C₄-Alkoxy, NH₂ und/oder NO₂ substituierter Benzoesäure, wobei das Umsetzungsprodukt (b) und dessen Ester (c) zusammen in einer Menge von 30 Gew.-% bis 55 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, vorliegen. Ferner wird ein Verfahren zur Herstellung dieser Zusammensetzung und deren Verwendung als Egalisierungsmittel beschrieben.

EP 1 469 121 A1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf eine Zusammensetzung, die als Egalisiermittel geeignet ist, ein Verfahren zu dessen Herstellung und dessen Verwendung.

[0002] Beim Färben von Polyethylenterephthalat (PET)-Fasermaterialien mit Dispersionsfarbstoffen werden dem Färbebad in der Regel Hilfsmittel zugesetzt, um eine egale Färbung zu erhalten (Egalisiermittel). Bei den wirksamsten dieser Produkte handelt es sich um

[0003] Durch den Einsatz von nichtionogenen und anionaktiven Dispergiernmitteln werden Farbstoffabscheidungen auf der Ware vermieden, die emulgierenden nichtionogenen Tenside sind sowohl für das Emulgieren der wasserunlöslichen Produktanteile als auch für das gleichmäßige Aufziehen der Farbstoffe auf die Faser verantwortlich. Die größte Bedeutung besitzen die quellenden Substanzen. Dadurch kann der Farbstoff besser und schneller in die Faser eindringen (diffundieren), um sich hernach besser innerhalb der Faser bewegen (migrieren) zu können. Es resultiert eine bessere Farbstoffausbeute (Diffusionsbeschleunigung) und bedingt durch die verstärkte intrafibrilläre Farbstoffwanderung (Migrationsförderung) eine egalere Färbung.

[0004] Weiterhin wird bereits während der Aufheiz- und Absorptionsphase auch das synchronere Diffundieren von Dispersionsfarbstoffen, insbesondere auch von solchen mit unterschiedlichem Diffusionskoeffizienten, ermöglicht (Synchronisierungswirkung), wodurch die egale Färbung verbessert wird.

[0005] Bei der Verwendung von Egalisiermitteln mit ausgeprägten quellenden und somit auch migrationsfördernden Eigenschaften ist es insbesondere auch möglich, selbst extrem unegal gefärbte Partien nachträglich gewissermaßen durch eine Blindfärbung mit Produkteinsatz auszugleichen.

[0006] Eine weitere Anforderung an Egalisiermittel ist der Ausgleich bzw. zumindest die Verminderung materialbedingter, d.h. durch die Fasermorphologie bedingte, Anfärbeunterschiede (Affinitätsdifferenzen), auch bei großmolekularen und sogenannten "high energy"-Farbstoffen.

[0007] Schließlich ermöglicht der Lösemittelcharakter der quellenden Substanzen in Kombination mit der emulgierenden Wirkung von Nichtiontensiden auch ein Rohfärben diverser Bearbeitungszustände ohne separate Zusätze.

[0008] Als quellende Substanzen in Egalisiermitteln für die Hochtemperatur (HT)-Färbung von Polyestern (PES) sind im Stand der Technik unter anderem beschrieben Adipinsäurealkylester, Alkylbenzole, Tetralin, Benzoessäurealkyl- und alkylenester (Alkyl- und Alkylbenzoate), Benzoessäurebenzylester (Benzylbenzoate), Salicylsäurealkylester (Alkylsalicylate), o-Kresotinsäu-

realkylester, Phthalsäurealkylester (Alkylphthalate) sowie N-Alkylphthalimide. Andere chemisch und anwendungstechnisch ähnliche Verbindungen, die als Carrier bei der PES-Färbung unterhalb 125°C eingesetzt werden, sind Diphenyle, o-Phenylphenol, Alkyl-naphtaline. Diese sind für Temperaturen oberhalb 125°C, also für die klassische PES-HT-Färbung, bislang als nur moderat egalisierungswirksam beschrieben, da man ihr Wirkungsoptimum im atmosphärischen und unteren HT-Bereich sieht.

[0009] Die bekannten PES-HT-Egalisiermittel mit den vorstehend beschriebenen Quellmitteln weisen allerdings Nachteile auf. So sind sie entweder nach neuer Erkenntnis potenziell teratogen (Phthalsäureester), geruchsintensiv (Alkylbenzole, Tetralin, Alkyl- und Alkylbenzoate, Salicylsäurealkylester, o-Kresotinsäurealkylester), relativ wenig wirksam (Adipinsäurealkylester, N-Alkylphthalimide) oder zumindest entweder vom Preis-Leistungsverhältnis ungünstig oder nach den Vorschriften des Chemikaliengesetzes kennzeichnungspflichtig (z.B. Benzylbenzoate). Dazu kommt stets eine Betonung der migrationsfördernden/diffusionsbeschleunigenden Wirkung auf Kosten des Aufbau-, Retardierung und Dispergiervermögens, was regelmäßig die Anwesenheit nichtionogener tensidischer Egalisierer und/oder Dispergierer auf der Basis von Fettsäureethoxilat oder Rizinusölethoxilat erfordert.

[0010] Hierbei stellt das in DE-A-29 41 763 beschriebene Gemisch von aliphatischen und aromatischen Carbonsäureestern mit alkylsubstituierten Alkylarylethoxilaten und deren Estern neben Niotensiden noch den bislang besten Kompromiß zwischen günstiger und ausgewogener Egalisierungswirkung, Ökologie/Toxikologie, Geruchsarmut und Preis dar. Diese Zusammensetzung weist jedoch gravierende Nachteile auf. So ist deren Wirksamkeit nicht befriedigend und es müssen Sekundärhilfsmittel eingesetzt werden.

[0011] Der vorliegenden Erfindung liegt somit die Aufgabe zugrunde, ein verbessertes Egalisiermittel bereitzustellen, daß nicht die Nachteile der bekannten Egalisiermittel aufweist.

[0012] Erfindungsgemäß wird dies erreicht durch eine Zusammensetzung, die als Egalisiermittel geeignet ist, umfassend

(a) 10 Gew.-% bis 25 Gew.-%, insbesondere 10 Gew.-% bis 24,5 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, Benzylbenzoat;

(b) Umsetzungsprodukt von unsubstituiertem oder mit Halogen, wie Fluor, Chlor oder Brom, OH, C₁-C₄-Alkoxy, NH₂ und/oder NO₂ substituiertem Phenol mit Alkylperoxid im Molverhältnis 1:1 bis 1:4, und

(c) Ester des Umsetzungsproduktes (b) mit unsubstituierter oder mit Halogen, wie Fluor, Chlor oder Brom, OH, C₁-C₄-Alkoxy, NH₂ und/oder NO₂ sub-

stituierter Benzoesäure,

wobei das Umsetzungsprodukt (b) und dessen Ester (c) zusammen in einer Menge von 30 Gew.-% bis 55 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, vorliegen.

[0013] Überraschenderweise wurde nun gefunden, daß die erfindungsgemäße Zusammensetzung eine deutlich höhere Egalisier-effizienz bei zugleich günstigen ökologischen und toxikologischen Eigenschaften und Geruchsarmut aufweist. Insbesondere besitzt die erfindungsgemäße Zusammensetzung ein bisher nicht gekanntes ausgewogenes Verhältnis der diversen Einzelwirkungen, wie Retardierung, Synchronisierung, Diffusionsbeschleunigung, Migrationsverstärkung, Dispergierung, Ölemulgierung, weshalb im Vergleich zu Egalisierungsmitteln aus dem Stand der Technik den Einsatz von Sekundärhilfsmitteln nicht notwendig ist und ein weitgehend universalen Einsatz ermöglicht wird. Die erfindungsgemäße Zusammensetzung zeigt nicht die für andere Zusammensetzungen typische Kristallisationstendenz, die das Inverkehrbringen einer solchen Zubereitung verfahrensbedingt erschweren oder sogar vollkommen unmöglich machen.

[0014] In der erfindungsgemäßen Zusammensetzung liegt als Komponente (b) das Umsetzungsprodukt von unsubstituiertem oder mit Halogen, OH, C₁-C₄-Alkoxy, NH₂ und/oder NO₂ substituiertem Phenol mit Alkylenoxid vor. Unter einem Alkylenoxid werden Oxirane verstanden, d.h. gesättigte dreigliedrige, ein Sauerstoff-Atom enthaltende heterozyklische Verbindungen. Sie können zwei bis sechs Kohlenstoffatome aufweisen. Vorzugsweise ist das Alkylenoxid Ethylenoxid (EO), Propylenoxid oder Butylenoxid. Es können auch Gemische von zwei oder mehreren Alkylenoxiden zur Umsetzung mit dem vorstehend beschriebenen Phenol verwendet werden.

[0015] Das Phenol kann mit 1 oder mehreren, z.B. 2 oder 3 Substituenten substituiert sein. Die Substituenten können sich in o-, p- und m-Position, bezogen auf die OH-Gruppe des Phenols, befinden.

[0016] Zur Erzielung der vorstehend beschriebenen Vorteile der erfindungsgemäßen Zusammensetzung hat es sich als günstig herausgestellt, das Molverhältnis zwischen vorstehend beschriebenem Phenol und Alkylenoxid von 1:1 bis 1:2 zu wählen, insbesondere ist es 1:1,2.

[0017] In einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Zusammensetzung liegt das Umsetzungsprodukt (b) und der Ester (c) in einem Gewichtsverhältnis von 40:60 bis 60:40, insbesondere etwa 50:50 vor, wodurch die vorstehend beschriebenen Vorteile der erfindungsgemäßen Zusammensetzung in besonders günstiger Weise erreicht werden.

[0018] Die Menge des Umsetzungsproduktes (b) und dessen Ester (c) in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung beträgt zusammen insbesondere etwa 45 Gew.-%, wodurch die vorstehend näher erläuterten vor-

teilhaften Eigenschaften der erfindungsgemäßen Zusammensetzung in besonders vorteilhafter Weise erhalten werden.

[0019] Die erfindungsgemäße Zusammensetzung kann neben den vorstehend beschriebenen Komponenten (a), (b) und (c) weiterhin mindestens eine Komponente ausgewählt unter Emulgatoren, wie nichtionogene Emulgatoren und/oder anionische Emulgatoren, Stellmittel und Entschäumer aufweisen. Durch diese werden Egalisierungsmittel mit besonders günstigen Eigenschaften erhalten.

[0020] Als nichtionogene Emulgatoren können Fettsäureethoxylate oder ethoxylierte pflanzliche bzw. tierische Fette bzw. Öle verwendet werden. Bei den Fettsäureethoxylaten sind ungesättigte Fettsäure mit 12 bis 18 Kohlenstoffatome, belegt mit 4 bis 12 Mol von EO abgeleiteten Einheiten bevorzugt, besonders bevorzugt ist Ölsäure mit 4 bis 8 Mol von EO abgeleiteten Einheiten. Bei den Ölen wird ein ethoxliertes Rizinusöl, belegt mit 30 bis 60 Mol von EO abgeleiteten Einheiten bevorzugt. Die nichtionogenen Emulgatoren können in Mengen von 10 bis 40 Gew.-%, bezogen auf die erfindungsgemäße Zusammensetzung, vorliegen.

[0021] Als anionische Emulgatoren können eingesetzt werden C₁-C₂₀-Alkylbenzolsulfonsäuren, insbesondere Dodecylbenzolsulfonsäure, beispielsweise in einer Menge von 1 bis 5, Gew.-% bezogen auf die erfindungsgemäße Zusammensetzung, phosphatierte C₁-C₁₂-Alkylphenolethoxylate, insbesondere Nonylphenolethoxylat, beispielsweise in einer Menge von 10 bis 20 Gew.-%, bezogen auf die erfindungsgemäße Zusammensetzung, oder phosphatierte Fettalkoholethoxylate mit C₆-C₁₂ Alkylkettenlänge und 2 bis 12 Mol von EO abgeleiteten Einheiten, beispielsweise in einer Menge von 10 bis 20 Gew.-%. Saure anionische Emulgatoren können mit üblichen Basen, wie Alkali-hydroxid, Alkanolamine, vorzugsweise Monoethanolamin, neutralisiert werden. Dies kann mit Basenmengen von 0,5 bis 1,5 Gew.-%, bezogen auf die erfindungsgemäße Zusammensetzung, erreicht werden.

[0022] Als Stellmittel können niedere Glykole oder Alkohole mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen verwendet werden, insbesondere Ethylenglykol, Diethylenglykol, Triethylenglykol, Propylglykol, Dipropylenglykol, Butylglykol, Butyldiglykol, Diacetonalkohol, Hexylenglykol und Isopropanol und Gemischen von zwei oder mehreren davon eingesetzt werden. Die eingesetzte Menge kann 4 bis 15 Gew.-%, bezogen auf die erfindungsgemäße Zusammensetzung, betragen.

[0023] Als Entschäumer können Aluminiumchlorid oder Aluminiumhydroxychlorid, die als wäßrige Lösung verwendet werden, eingesetzt werden. Die Menge der Entschäumer kann 0,05 Gew.-% bis 0,7 Gew.-%, bezogen auf die erfindungsgemäße Zusammensetzung betragen.

[0024] Der Rest der erfindungsgemäßen Zusammensetzung kann Wasser sein.

[0025] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist

ferner ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Zusammensetzung, wobei in einer Eintopfreaktion das Umsetzungsprodukt (b) und der Ester (c) hergestellt und danach mit dem Benzylbenzoat gemischt werden.

[0026] Unter dem Ausdruck "Eintopfreaktion" im Sinne der vorliegenden Erfindung wird eine chemische Reaktion verstanden, die zwar in mehreren Schritten abläuft, deren Zwischenprodukte aber nicht isoliert zu werden brauchen. In einer solchen Eintopfreaktion können entweder alle Reaktionsteilnehmer von Beginn an im Reaktionsgefäß zugegen sein oder sie werden nacheinander zugeführt. Letzteres ist bei der Verfahrensführung zur Herstellung des Umsetzungsproduktes (b) und des Esters (c) besonders günstig.

[0027] Beispielsweise kann das unsubstituierte oder substituierte Phenol, wie es vorstehend beschrieben wurde, im gewünschten Molverhältnis mit Alkylenoxid umgesetzt werden. Danach kann die ebenfalls vorstehend beschriebene unsubstituierte oder substituierte Benzoesäure zugegeben werden. Durch die Umsetzung von Phenol mit Alkylenoxid entstehen neue OH-Gruppen, die vom Alkylenoxid stammen. Diese können mit der Carboxyl-Gruppe der Benzoesäure verestert werden. Die Mengen werden dabei so gewählt, daß die vorstehend beschriebenen Mengen und Verhältnisse, wie sie für die erfindungsgemäße Zusammensetzung gewünscht werden, erhalten werden.

[0028] Das Zusammenmischen des Umsetzungsproduktes (b) und des Esters (c) mit dem Benzylbenzoat kann durch einfaches Zusammengeben und Mischen der Komponenten erfolgen. Das Umsetzungsprodukt (b) und der Ester (c) können vom Reaktionsgemisch der Eintopfreaktion getrennt und gegebenenfalls gereinigt werden, bevor sie mit dem Benzylbenzoat gemischt werden. Die weiteren Komponenten, wie Emulgatoren, Stellmittel und Entschäumer, können dann ebenfalls zugemischt werden.

[0029] Durch das erfindungsgemäße Verfahren ist es in besonders einfacher, schneller und kostengünstiger Weise möglich, erfindungsgemäße Zusammensetzungen herzustellen. Durch die vorstehend beschriebene Eintopfreaktion tritt keine Kristallisation auf. Die Ester (c) müssen so vor ihrer Verwendung in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung nicht zeitraubend geschmolzen werden.

[0030] Aufgrund der vorstehend beschriebenen Vorteile der erfindungsgemäßen Zusammensetzung ergibt sich, daß diese besonders günstig als Egalisierungsmittel, insbesondere zum Hochtemperaturfärben von Polyester-Fasermaterialien, insbesondere PET-Fasern geeignet sind. Ein solches Hochtemperaturfärbeverfahren kann z.B. bei oberhalb 100°C, insbesondere bei 125°C bis 135°C, im Autoklaven durchgeführt werden.

[0031] Die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen können dem Färbebad in Mengen von 0,5 g/l bis 2,5 g/l, bevorzugt mit 0,75 g/l bis 2 g/l, und dem Ausegalisierbad in Mengen von 1 g/l bis 4 g/l, insbesondere

1,5 bis 3 g/l, zugegeben werden.

[0032] Die erfindungsgemäße Zusammensetzung kann besonders vorteilhaft bei verschiedenen Problemfällen beim Färben von PET-Fasermaterialien und deren Mischung mit anderen Fasern, wo andere PET-Egalisierungsmittel versagen oder zu wenig effektiv sind, eingesetzt werden.

[0033] Im einzelnen kann die erfindungsgemäße Zusammensetzung bei folgenden Verfahren angewandt werden

- Leichtes nachträgliches Ausegalisieren ungleichmäßiger Färbungen von PET (allein oder in Mischung mit anderen Fasern), unabhängig von Aufmachungsform und Bearbeitungszustand;
- Egalfärben besonders kritischer Aufmachungsformen/Bearbeitungszustände von PET-Fasern, wie dicht gepackte Garn- und Stückbaumwickelkörper, hoch gedrehte und/oder gereckte Zwirne/Stick- und Nähgarne sowie andere technische Garne;
- sehr guter Ausgleich von durch Texturierungs- und Thermofixierungsschwankung verursachten kristallinitätsbedingten bzw. affinitätsbedingten Differenzen im PET-Fasermaterial jeglichen Bearbeitungszustandes und jeglicher Aufmachungsform;
- Färben unkritischer PET-Materialien jeglicher Aufmachung/Bearbeitungsform mit minimalen Egalisierungsmittelmengen, und
- simultanes Färben und Waschen von PET-Garn, Masche, Garment und Flocke, wo präparationsbedingte Ölaufgaben vorliegen, die normalerweise ein vorgängiges Waschen oder die Mitverwendung eines separaten Wasch- und Emulgiermittels im Färbebad erfordern würden.

[0034] Die vorliegende Erfindung wird anhand der nachfolgenden Beispiele näher erläutert, ohne sie darauf einzuschränken. Dabei sind "Teile", soweit nichts anderes angegeben ist, Gewichtsteile.

Beispiel 1

[0035] Durch Mischen im Becherglas wird folgendes Produkt hergestellt:

24,5 Teile Benzylbenzoat
 45 Teile Phenoxyethanol/Phenoxyethanolbenzoat (Umsetzungsprodukt (b) / Ester (c))
 12,2 Teile eines ethoxylierten Rizinusölethoxylates, belegt mit 40 Mol EO
 6,4 Teile eines ethoxylierten Rizinusölethoxylates, belegt mit 30 Mol EO
 6,4 Teile eines ethoxylierten Rizinusölethoxylates,

belegt mit 18 Mol EO
 5 Teile Butyldiglykol
 0,5 Teile Monoethanolamin zur pH-Wert Einstellung.
 100 Teile

Man erhält ein leicht gelbliches, klares Produkt.

Beispiel 2

[0036] Durch Mischen im Becherglas wird folgendes Produkt hergestellt:

24,5 Teile Benzylbenzoat
 30,0 Teile Phenoxyethanol/Phenoxyethanolbenzoat
 20 Teile eines ethoxylierten Rizinusölethoxylates, belegt mit 40 Mol EO
 10 Teile eines ethoxylierten Rizinusölethoxylates, belegt mit 30 Mol EO
 10 Teile eines ethoxylierten Rizinusölethoxylates, belegt mit 18 Mol EO
 5,0 Teile Butyldiglykol
 0,5 Teile Monoethanolamin zur pH-Wert Einstellung.
 100 Teile

Man erhält ein leicht gelbliches, klares Produkt.

Beispiel 3

[0037] Durch Mischen im Becherglas wird folgendes Produkt hergestellt:

24,5 Teile Benzylbenzoat
 45,0 Teile Phenoxyethanol/Phenoxyethanolbenzoat
 7,6 Teile eines ethoxylierten Rizinusölethoxylates, belegt mit 40 Mol EO
 7,63 Teile eines ethoxylierten Rizinusölethoxylates, belegt mit 30 Mol EO
 7,63 Teile eines ethoxylierten Rizinusölethoxylates, belegt mit 18 Mol EO
 5,0 Teile Butyldiglykol
 0,5 Teile Monoethanolamin zur pH-Wert Einstellung
 0,14 Teile Aluminiumhydroxychlorid in
 2,0 Teilen Wasser
 100 Teile

Man erhält ein leicht gelbliches, klares Produkt.

Beispiel 4

[0038] Durch Mischen im Becherglas wird folgendes Produkt hergestellt:

24,5 Teile Benzylbenzoat
 40,0 Teile Phenoxyethanol/Phenoxyethanolbenzo-

at
 13,71 Teile eines Nonylphenoethoxylates, belegt mit 9 EO und mit Phosphorsäure verestert
 14,66 Teile eines ethoxylierten Rizinusölethoxylates, belegt mit 40 Mol EO
 5,0 Teile Butyldiglykol
 0,80 Teile Monoethanolamin zur pH-Wert Einstellung
 0,13 Teile Aluminiumhydroxychlorid in
 1,20 Teilen Wasser
 100 Teile

Beispiel 5:

[0039] 100 Teile eines auf perforierten Materialträgers aufgewickelter Polyesterfutterstoffgewebes, vorgängig entschlichtet, werden in einem Baumfärbeapparat mit einer kalten Flotte, die 0,2 Teile eines Entlüfters auf Basis emulgiertem Polydimethylsiloxans in 800 Teilen Permutwassers enthält 5 min lang behandelt.

[0040] Daraufhin wird die Flotte auf 50°C mit max. Gradient aufgeheizt und dort werden 1,5 Teile der erfindungsgemäßen Zubereitung gemäß Beispiel 1, 1,0 Teile eines flüssigen Dispergiemittels auf Basis von Naphthalinmethansulfonat-Polykondensat sowie 1,0 Teile Natriumacetat hinzugegeben. Der pH-Wert wird daraufhin mit Essigsäure 60% auf 4,5 eingestellt und nach weiteren 10 min bei 50°C der Farbstoff zugegeben:

1,2 Teile einer Dispersfarbstofftrichromie, bestehend aus
 48 Teile Foron Gelbbraun SE-RL
 22 Teile Foron Rot SE-RL
 30 Teile Foron Blau SE-RL

[0041] Nach weiteren 10 min bei 50 °C wird mit 2 °C/min auf 100 °C und mit 1,5 °C/min auf 130°C aufgeheizt, dort 40 min verweilt und mit 2 °C/min auf 80°C abgekühlt.

Daraufhin wird abgelassen und wie dem Fachmann bekannt reduktiv nachgereinigt, wodurch eine einwandfrei egale und echte Färbung erhalten wurde.

[0042] Verwendet man anstelle der erfindungsgemäßen Zubereitung nach Beispiel 1

1,8 Teile der erfindungsgemäßen Zubereitung nach Beispiel 2
 oder 1,4 Teile der erfindungsgemäßen Zubereitung nach Beispiel 3
 oder 1,7 Teile der erfindungsgemäßen Zubereitung nach Beispiel 4
 erhält man vergleichbar gute Resultate.

Beispiel 6:

[0043] 100 Teile einer mit den Farbstoffen Dianix Gelb HF-4G (0,15 Teil), Dianix Rot HF-G (0,2 Teile) und Dianix Blue HF-2G (0,07 Teile) vorgängig in mittlerer Nuance wolkig gefärbten Rundstrickware aus PES-Garn wird

auf einer aerodynamischen Stückfärbemaschine mit einer Flotte, die 3,0 Teile der erfindungsgemäßen Zubereitung nach Beispiel 1 und 1,0 Teile eines Falteninhibitors auf Basis Polyacrylamidlösung in 500 Teilen Wasser mit 0,5 °dH emulgiert enthält, versetzt.

[0044] Nach einer Aufheizung mit 3 °C/min auf 135 °C wird dort 30 min verweilt und daraufhin mit 2 °C/min auf 100 und weiter mit 1,5°C/min auf 75°C abgekühlt.

[0045] Auf diese Weise wurde eine einwandfreie Ausgalisierung der ursprünglich wolkigen Färbung ohne signifikante Farbänderung erhalten.

[0046] Wurde anstelle der erfindungsgemäßen Zubereitung nach Beispiel 1

3,75 Teile der erfindungsgemäßen Zubereitung nach Beispiel 2

oder 2,7 Teile der erfindungsgemäßen Zubereitung nach Beispiel 3

oder 3,3 Teile der erfindungsgemäßen Zubereitung nach Beispiel 4

verwendet, erhält man vergleichbar gute Resultate.

Beispiel 7:

[0047] 100 Teile eines nicht vorgewaschenen, hochgereckten PES-Nähgarns mit bekannten (DSCnachgewiesenen) Verstreckungsunterschieden und demzufolge hoher Unegalitätsgefahr wird mit einer Flotte enthaltend 0,1 Teil eines Entlüfters auf Basis Triisobutylphosphatformulierung, 1,5 Teilen eines Penetrationsverbessers auf Basis Acrylcopolymerlösung, 0,5 Teilen eines Säurepuffers auf Basis Citronensäure-, Ameisensäure- und Naphthalinmethansulfonatpolykondensatmischung sowie 1,9 Teilen der erfindungsgemäßen Formulierung nach Beispiel 1 in 950 Teilen Wasser von 40°C mit 2 °dH enthält, versetzt.

[0048] Nach 10 min bei 40 °C werden 2,1 Teile einer Farbstofftrichromie, enthaltend

25 Teile Terasil gelb 4 G

50 Teile Terasil Rot 5 G

25 Teile Terasil Blau 3 RL-02 150%

hinzugegeben und nach weiteren 10 min Verweilen bei 40 °C innert 25 min auf 90°C, innert 45 min auf 130°C aufgeheizt. Dort wird 60 min verweilt.

[0049] Die Fertigstellung inkl. Abkühlung, reduktive Nachreinigung und Nachavivage, gerade auch in Hinblick auf Oligomerenminimierung ist dem Fachmann bekannt und bedarf hier keiner näheren Erläuterung.

[0050] Man erhält durch diese Anwendung ein einwandfrei durchgefärbtes und in sich egal gefärbtes PES-Nähgarn. Die originalen Präparationsauflagen sind eliminiert.

[0051] Verwendet man anstelle der erfindungsgemäßen Zubereitung nach Beispiel 1

2,4 Teile der erfindungsgemäßen Zubereitung nach Beispiel 2

1,7 Teile der erfindungsgemäßen Zubereitung nach Beispiel 3

2,1 Teile der erfindungsgemäßen Zubereitung

nach Beispiel 4

erhält man vergleichbar gute Resultate.

Beispiel 8:

[0052] 100 Teile eine PES-Microfaser-Kulierwirkware werden auf eine Jet des Rundspeichertyps mit einer Flotte versetzt, die 1,5 Teile eines Gleitmittels auf Basis einer Mischung aus Acrylcopolymer und ethoxiliertem Caprolactam und 1,0 Teile eines Dispergators auf Basis Naphthalinmethansulfonat, 1,0 Teile der erfindungsgemäßen Formulierung, 1,0 Teile eines Sequestriermittels auf Basis Hydroxyethandiphosphonsäure, 1,0 Teile Natriumacetat und 0,6 Teile Essigsäure 60% in 1400

Teilen Wasser, 7 °dH enthält, bei 25°C versetzt. Nach der Aufheizung auf 50 °C werden 0,8 Teile Dispersfarbstofftrichromie, enthaltend

37 Teile Foron Gelbbraun RD-2RS

58 Teile Foron Brillantrot RD-BR

05 Teile Foron Blau RD-GLF,

hinzugefügt und mit 2 °C/min auf 130 °C aufgeheizt. Dort wird 30 min verweilt und nach Abkühlen auf 80 °C mit 2°C/min 10 min reduktiv im Färbebad unter Anwendung eines spezifischen Sulfinsäurederivates gereinigt.

[0053] Man erhält nach diesem Schnelfärbeverfahren eine einwandfrei egale und echte Färbung.

[0054] Verwendet man anstelle des Produktes gemäß Beispiel 1

1,25 Teile der erfindungsgemäßen Zubereitung

nach Beispiel 2

oder 0,9 Teile der erfindungsgemäßen Zubereitung nach Beispiel 3

oder 1,1 Teile der erfindungsgemäßen Zubereitung nach Beispiel 4

erhält man vergleichbar gute Resultate.

Patentansprüche

1. Zusammensetzung, die als Egalisierungsmittel geeignet ist, umfassend

(a) 10 Gew.-% bis 25 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, Benzylbenzoat;

(b) Umsetzungsprodukt von unsubstituiertem oder mit Halogen, OH, C₁-C₄-Alkoxy, NH₂ und/oder NO₂ substituiertem Phenol mit Alkylenoxid im Molverhältnis 1:1 bis 1:4 und

(c) Ester des Umsetzungsproduktes (b) mit unsubstituierter oder mit Halogen, OH, C₁-C₄-Alkoxy, NH₂ und/oder NO₂ substituierter Benzoesäure,

wobei das Umsetzungsprodukt (b) und dessen Ester (c) zusammen in einer Menge von 30 Gew.-% bis 55 Gew.-%, bezogen auf die Zusam-

mensetzung, vorliegen.

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das Alkylenoxid Ethylenoxid, Propylenoxid oder ein Gemisch davon ist. 5
3. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Molverhältnis 1:1 bis 1:2 beträgt. 10
4. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Umsetzungsprodukt (b) und der Ester (c) in einem Gewichtsverhältnis von 40:60 bis 60:40 vorliegt. 15
5. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Zusammensetzung weiterhin mindestens eine Komponente ausgewählt unter Emulgatoren, Stellmittel und Entschäumer enthält. 20
6. Verfahren zur Herstellung einer Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei in einer Eintopfreaktion das Umsetzungsprodukt (b) und der Ester (c) hergestellt und danach mit dem Benzylbenzoat gemischt werden. 25
7. Verwendung der Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 5 als Egalisiermittel. 30
8. Verwendung nach Anspruch 7, wobei das Egalisiermittel beim Hochtemperaturfärben von Polyester-Fasermaterialien eingesetzt wird. 35

40

45

50

55



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 03 00 4513

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
A	EP 0 364 792 A (BAYER AG) 25. April 1990 (1990-04-25) * Seite 2, Zeile 14 - Zeile 17 * * Beispiel 5 *	1-8	D06P1/651 D06P1/613
A	DE 32 46 383 A (SANDOZ AG) 7. Juli 1983 (1983-07-07) * Seite 4, Zeile 3 - Zeile 12 * * Beispiel 10 *	1-8	
A	FR 1 140 000 A (HOECHST AG) 9. Juli 1957 (1957-07-09) * Spalte 1, Zeile 29 - Spalte 2, Zeile 21 * Beispiele *	1-8	
A	DE 10 21 826 B (HOECHST AG) 2. Januar 1958 (1958-01-02) * Beispiele 1,2 *	1-8	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2000, no. 01, 31. Januar 2000 (2000-01-31) & JP 11 269778 A (TEIJIN LTD), 5. Oktober 1999 (1999-10-05) * Zusammenfassung *	1-8	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7) D06P
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 198249 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A23, AN 1982-05656J XP002249806 & JP 57 176270 A (SUMITOMO CHEM CO LTD), 29. Oktober 1982 (1982-10-29) * Zusammenfassung *	1-8	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 31. Juli 2003	Prüfer Fiocco, M
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 anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03 82 (P04C03)



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 03 00 4513

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 198249 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A23, AN 1982-05653J XP002249807 -& JP 57 176267 A (SUMITOMO CHEM CO LTD), 29. Oktober 1982 (1982-10-29) * Zusammenfassung * -----	1-8	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 31. Juli 2003	Prüfer Fiocco, M
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 anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			

EPO FORM 1503.03.82 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 03 00 4513

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am

Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

31-07-2003

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
EP 0364792	A	25-04-1990	DE	3834737 A1	19-04-1990
			AU	615581 B2	03-10-1991
			AU	4288989 A	26-04-1990
			CA	2000411 A1	12-04-1990
			DE	58903445 D1	18-03-1993
			EP	0364792 A2	25-04-1990
			JP	2169778 A	29-06-1990
			PT	91875 A ,B	30-04-1990
			US	4994089 A	19-02-1991
DE 3246383	A	07-07-1983	DE	3246383 A1	07-07-1983
			CH	651603 A5	30-09-1985
			FR	2522699 A1	09-09-1983
			GB	2112817 A ,B	27-07-1983
			HK	189 A	13-01-1989
			IT	1210710 B	20-09-1989
			JP	58113252 A	06-07-1983
			MY	13488 A	31-12-1988
			US	4516979 A	14-05-1985
FR 1140000	A	09-07-1957	KEINE		
DE 1021826	B	02-01-1958	BE	548539 A	
			GB	828924 A	24-02-1960
JP 11269778	A	05-10-1999	KEINE		
JP 57176270	A	29-10-1982	KEINE		
JP 57176267	A	29-10-1982	KEINE		

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82