

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 79104617.0

22 Anmeldetag: 21.11.79

51 Int. Cl.³: **D 06 P 1/651**
D 06 P 3/36, D 06 P 3/54
C 07 C 25/00

30 Priorität: 01.12.78 DE 2852027

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
 11.06.80 Patentblatt 80 12

84 Benannte Vertragsstaaten:
 BE CH DE FR GB IT NL

71 Anmelder: **BAYER AG**
Zentralbereich Patente, Marken und Lizenzen
D-5090 Leverkusen 1, Bayerwerk(DE)

72 Erfinder: **Schulze, Hans, Dr.**
Wolfskaul 4
D-5000 Köln 80(DE)

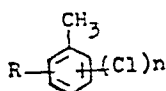
72 Erfinder: **Walz, Klaus, Dr.**
Domblick 4
D-5090 Leverkusen 31(DE)

72 Erfinder: **Jakobs, Karlhans**
An der Jüch 55
D-5060 Bergisch-Gladbach 2(DE)

72 Erfinder: **Boehmke, Günther, Dr.**
Kurt-Schumacher-Ring 152
D-5090 Leverkusen 1(DE)

54 Verfahren zum Färben von polyesterhaltigen Materialien.

57 Das Färben von Gebilden aus Polyestern oder Celluloseestern mit Dispersionsfarbstoffen wird in Gegenwart von chlorierten Alkylbenzolen der allgemeinen Formel



n = 1-3
 R = H, Alkyl mit 1-4 Kohlenstoffatomen

vorgenommen.

EP 0 011 814 A

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

5090 Leverkusen, Bayerwerk

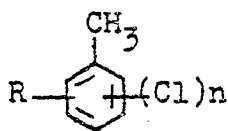
Zentralbereich

Mf-kl

Patente, Marken und Lizenzen

Verfahren zum Färben von polyesterhaltigen Materialien

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Färben von Gebilden aus Polyestern oder Celluloseestern mit Dispersionsfarbstoffen; das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß man das Färben oder Bedrucken in Gegenwart von chlorierten Alkylbenzolen der allgemeinen Formel



(I)

n = 1-3

R = H, Alkyl mit 1-4

Kohlenstoffatomen

10 vornimmt.

Die erforderlichen Mengen der erfindungsgemäß zu verwendenden chlorierten Alkylbenzole der Formel (I) lassen sich durch Vorversuche von Fall zu Fall leicht ermitteln. Im allgemeinen haben sich Mengen von 1 bis 7 g je Liter Farbe-

- 2 -

flotte bei den üblichen Flottenverhältnissen von 1:5 -
1:40, bzw. 10 bis 40 g je Liter Klotzflotte, bewährt.

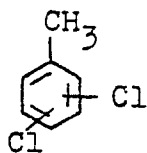
Da die erfindungsgemäß zu verwendenden chlorierten Alkyl-
benzole gut verträglich mit anderen Carriern sind, können
5 sie auch in Mischung mit bekannten anderen Carriern ver-
wendet werden.

Die erfindungsgemäß zu verwendenden chlorierten Alkyl-
benzole der Formel (I) werden vorteilhaft zusammen mit
anionaktiven oder nichtionogenen Emulgiermitteln bzw. Dis-
10 pergierrmitteln eingesetzt. Besonders bewährt haben sich als
Emulgatoren Gemische aus a) oxäthylierten Ölen, wie Rizinusöl oder Sojaöl, oxäthylierten Alkoholen, Alkylphenol-
polyglykoläthern oder Phenylalkylphenolpolyglykoläthern,
b) Alkali-, Erdalkali- und/oder Ammoniumsalzen organischer
15 mindestens 10 Kohlenstoffatome aufweisender Sulfonsäuren,
wie Dodecylbenzolsulfonsäure, Diisobutyl-naphthalinsulfon-
säure, α -Sulfofettsäuren und Rizinoleyl-methyltaurid. Die
Mengen an Emulgier- bzw. Dispergierrmitteln betragen zweck-
mäßig 5 bis 15 % des Gewichts der Carriereinstellung.

20 Die bei dem erfindungsgemäßen Färbeverfahren zur Anwen-
dung gelangenden Dispersionsfarbstoffe sind die üblicher-
weise zum Färben von Polyestern und Celluloseestern verwen-
deten Dispersionsfarbstoffe, wie sie beispielsweise in "Co-
lour Index" Vol. 2, S. 2483-2741, 3. Edition (1971) be-
25 schrieben sind. Das Färben der aus Polyestern oder Cellu-
loseestern bestehenden Gebilde in Gegenwart der erfindungs-
gemäß zu verwendenden chlorierten Alkylbenzole wird nach den
für das Färben mit Dispersionsfarbstoffen üblichen kontinu-
ierlichen oder diskontinuierlichen Verfahren durchgeführt;
30 als solche seien genannt: das übliche bei 98°C arbeitende
Verfahren, das Hochtemperatur- und das Thermosol-Verfahren.

Als Vertreter der erfindungsgemäß zu verwendenden Verbindungen der Formel (I) seien beispielsweise genannt: Die isomeren Mono-, Di- und Trichlortoluole, 4-Chlor-1,3-dimethylbenzol, 2-Chlor-1,4-dimethylbenzol und 2,5-Dichlor-1,4-dimethylbenzol.

Als besonders vorteilhaft bei dem erfindungsgemäßen Verfahren erwiesen sich Dichlortoluole der allgemeinen Formel



(II)

- 10 Insbesondere die Isomerengemische, wie sie bei der technischen Chlorierung von Toluol anfallen, haben sich als besonders geeignet herausgestellt.

Mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens gelingt es, Gebilde, z.B. Fäden, Fasern, Gewebe, Gewirke, Filme und Folien aus Polyestern, wie Polyterephthalsäureglykolestern, oder Polyestern aus 1,4-Bis-(hydroxymethyl)-cyclohexan und Terephthalsäure, und Celluloseestern, z.B. Cellulosetriacetat, mit Dispersionsfarbstoffen in tiefen Tönen und hervorragend gleichmäßig zu färben.

- 20 Die erfindungsgemäß zu verwendenden chlorierten Alkylbenzole eignen sich besonders zum Färben von Polyester-Wolle-Mischgeweben, weil bei ihrer Verwendung die Verschmutzung des Wollanteils durch die Dispersionsfarbstoffe vermieden wird.

Es sind schon viele Verbindungen als Carrier zum Färben von Polyester-Materialien mit Dispersionsfarbstoffen vorgeschlagen worden, wie Halogenbenzole, Alkylphthalimide, aromatische Carbonsäureester, Methyl- und Methoxynaphthaline, Diphenyl, Diphenyläther, o-,m- u. p-Oxydiphenyle oder p-Oxydiphenyläther. Diese Verbindungen haben jedoch Nachteile.

Alle Verbindungen, bis auf die Alkylphthalimide, sind stark geruchsbelästigend. Mono- und Dichlorbenzole sind stark lebertoxisch, während die Methyl- und Methoxynaphthaline den Nachteil haben, daß sie die Lichtechtheit der Färbungen nachteilig beeinflussen. Diphenyl besitzt zwar gute Carriereigenschaften, hat aber den Nachteil, Flecken auf den Textilien zu verursachen, weil es wegen seines hohen Schmelzpunktes in den Färbebädern leicht auskristallisiert und beim Anheizen der Bäder schlecht emulgiert. Diphenyläther hat den Nachteil, daß seine Carrierwirksamkeit stark von der Konstitution des verwendeten Dispersionsfarbstoffs abhängt, und daß deshalb beim Färben mit Farbstoffkombinationen, z.B. solchen zur Erzeugung von Grau- und Olivtönen, keine reproduzierbaren Färbungen erhalten werden. p-Oxydiphenyl besitzt zwar gute Carriereigenschaften, kann aber nicht als Carrier im Normalfärbeverfahren bei 98-100°C eingesetzt werden, da es bei diesen Temperaturen noch fest ist. Außerdem beeinträchtigt es die Lichtechtheit der Färbungen.

Gegenüber diesen genannten Carriern weisen die erfindungsgemäß zu verwendenden chlorierten Alkylbenzole die Vorteile auf, daß sie keine Flecken verursachen, daß sie die Lichtechtheit der Färbungen nicht nachteilig beeinflussen, daß ihre Wirksamkeit unabhängig von der Farbstoffkonstitution ist, daß sich deshalb mit ihrer Hilfe reproduzierbare Kombinationsfärbungen herstellen lassen und daß die Geruchbelästigung gering ist.

Gegenüber den erwähnten Alkylphthalimiden weisen die chlorierten Alkylbenzole den Vorteil auf, daß sie bereits in geringeren Konzentrationen wirksam sind. Außerdem sei hervorgehoben, daß sie das Aufbauvermögen der Dispersions-
5 farbstoffe wenn nicht gar verbessern zumindest aber nicht beeinträchtigen wie dies andere Carrier bewirken, die die Farbstoffe im Färbebad zurückhalten. Als weiterer Vorteil sei das ausgezeichnete Ausgleichsvermögen für Faden-
10 strukturdifferenzen von thermofixiertem Polyester-Material genannt.

Als besonders vorteilhaft hat sich eine Kombination mit 1,2,4-Trichlorbenzol erwiesen. Während eine reine Trichlorbenzol-Einstellung bereits bei $+ 10^{\circ}\text{C}$ bis $+ 17^{\circ}\text{C}$ auskristallisiert, ergeben geeignete Kombinationen mit Dichlor-
15 toluol Erstarrungspunkte bis zu $- 20^{\circ}\text{C}$.

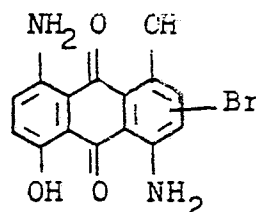
Le A 19 305



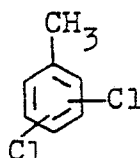
Beispiel 1

Garne aus Polyesterfasern werden im Flottenverhältnis von 1:40 in ein auf 60°C erwärmtes Bad eingebracht, das im Liter 0,25 g eines Farbstoffs der Formel

5



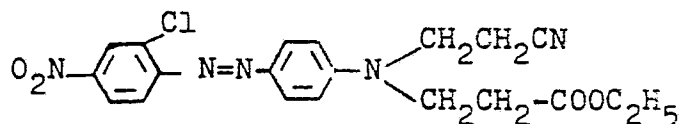
2 g eines Kondensationsproduktes aus Naphthalinsulfonat und Formaldehyd, 2 g Natriumdihydrogenphosphat, 3 g einer Verbindung der Formel



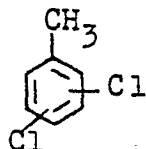
- 10 0,3 g eines oxäthylierten Ricinusöles und 0,3 g eines Mono-
 äthanolaminsalzes der Dodecylbenzolsulfosäure enthält. Der
 pH-Wert des Bades wird mit Essigsäure auf pH 4,5-5 einge-
 stellt. Dann wird das Bad auf 98°C erhitzt und 60 Minuten
 bei dieser Temperatur gehalten. Man erhält eine gleich-
 15 mäßige Blaufärbung.

Beispiel 2

- Stückware, die in Kette und Schuß aus Polyester-Spinnfaser
 besteht, wird im Flottenverhältnis von 1:40 in ein auf 50°C
 erwärmtes Bad gegeben, das im Liter 0,2 g eines Farbstoffs
 20 der Formel



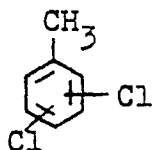
2 g eines Kondensationsproduktes aus Naphthalinsulfonat und Formaldehyd, 2 g Natriumdihydrogenphosphat, 1,6 g einer Verbindung der Formel



- 5 0,5 g 1,2,4-Trichlorbenzol, 0,2 g eines oxäthylierten Ricinusöles und 0,15 g eines Monoäthanolaminsalzes der Dodecylbenzolsulfosäure enthält. Der pH-Wert des Bades wird mit Essigsäure auf pH 4,5-5 eingestellt. Die Färbeflotte wird dann auf Kochtemperatur gebracht und eine Stunde bei dieser
- 10 Temperatur gehalten. Es wird eine volle, gleichmäßige Rotfärbung erzielt.

Beispiel 3

- Polyester-Spinnfasern werden im Flottenverhältnis von 1:15 in eine Flotte eingebracht, die im Liter 1 g eines Dispersionsfarbstoffsgemäß Beispiel 1, 0,18 g eines Dispersionsfarbstoffs nach Beispiel 2, 0,03 g eines Farbstoffs gemäß Colour Index, 2. Auflage (1956) Band 3. Nr. 12790, 2 g eines
- 15 Kondensationsproduktes aus Formaldehyd und Naphthalinsulfonat, 2 g Natriumdihydrogenphosphat, 2,3 g einer Verbindung
- 20 der Formel

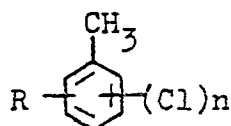


- 0,7 g 1,2,4-Trichlorbenzol, 0,25 g eines oxäthylierten Ricinusöles und 0,22 g eines Monoäthanolaminsalzes der Dodecylbenzolsulfosäure enthält. Der pH-Wert der Flotte wird
- 25 mit Essigsäure auf pH 4,5-5 eingestellt. Man erhitzt die Flotte langsam auf 98°C und behandelt eine Stunde bei dieser Temperatur. Man erhält eine dunkle Rotbraunfärbung.

Patentansprüche

- 1) Verfahren zum Färben von polyesterhaltigen Fasermaterialien, dadurch gekennzeichnet, daß man in Gegenwart chlorierter Alkylbenzole der allgemeinen Formel

5



$$n = 1-3$$

R = H, Alkyl mit 1-4 Kohlenstoffatomen

färbt.

- 10 2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man in Gegenwart von Dichlortoluolen arbeitet.
- 3) Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Färbung in Gegenwart von Isomerengemischen durchgeführt wird, die mindestens zwei Isomere des Dichlortoluols enthalten.
- 15 4) Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die chlorierten Alkylbenzole durch Zusatz von Emulgatoren in emulgierbarer Form eingesetzt werden.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0011814
Nummer der Anmeldung
EP 79 10 4617

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl. ³)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
X	<u>DE - B - 1 199 732 (KUHLMANN)</u> * Beispiel 1; Spalte 2, Zeile 36 bis Spalte 3, Zeile 30; Ansprüche *	1,4	D 06 F 1/651 3/36 3/54 C 07 C 25/00
	--		
	<u>NL - A - 68 09649 (SHELL)</u> * Seite 2, Zeilen 10,11; Ansprüche 1-8,10,11,13 *	1,4	
	--		
	<u>US - A - 3 644 080 (McCULLOUGH et al.)</u> * Beispiel 4 "Sample 5"; Spalte 2, Zeile 59 bis Spalte 3, Zeile 11; Spalte 3, Zeilen 68-73; Ansprüche 1,9,10 *	1,2	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. ¹) D 06 P 1/651 3/36 3/54
	--		
A	<u>US - A - 3 650 663 (BARWICK et al)</u> * Ansprüche 1,8,9; Spalte 3, Zeilen 50-71; Spalte 4, Zeilen 53-57 *	1,2	
	--		
A	<u>US - A - 3 644 079 (SMITH et al)</u> * Ansprüche 1,12,13; Spalte 3, Zeile 65 bis Spalte 4, Zeile 17; Spalte 4, Zeile 74 bis Spalte 5, Zeile 4 *	1,2	KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument &: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument
	--		
A	<u>FR - A - 1 069 902 (HOECHST)</u> * Zusammenfassung, Punkte 1,2; Beispiele 2,5; Seite 1, linke Spalte, Absatz 3 *	1	
	--		
	Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt		
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	14-02-1980	DEKEIREL	



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0011814
Nummer der Anmeldung

EP 79 10 4617
-2-

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 3)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
A	<u>DE - A - 1 918 340 (ICI)</u> * Ansprüche 1,6,16-28 * -----	1	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 3)