



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

Veröffentlichungsnummer : **0 012 935 B1**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag der Patentschrift :
21.10.81

(51) Int. Cl.³ : **D 06 P 3/60, D 06 P 1/60,**
D 06 P 3/85

(21) Anmeldenummer : **79105107.1**

(22) Anmeldetag : **12.12.79**

(54) **Verfahren zum Färben und Bedrucken von Textilien mit Dispersionsfarbstoffen.**

(30) Priorität : **21.12.78 DE 2855188**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung :
09.07.80 (Patentblatt 80/14)

(45) Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung : **21.10.81 Patentblatt 81/42**

(84) Benannte Vertragsstaaten :
AT BE CH DE FR GB IT NL

(56) Entgegenhaltungen :

DE - A - 1 811 796
DE - A - 2 148 598
DE - A - 2 643 804
FR - A - 2 348 311
FR - A - 2 361 446

(73) Patentinhaber : **BASF Aktiengesellschaft**
Carl-Bosch-Strasse 38
D-6700 Ludwigshafen (DE)

(72) Erfinder : **Baumgarte, Ulrich, Dr. Dipl.-Chem.**
Hardenburgstrasse 18
D-6703 Limburgerhof (DE)
Erfinder : **Oppenlaender, Knut, Dr. Dipl.-Chem.**
Otto-Dill-Strasse 23
D-6700 Ludwigshafen (DE)
Erfinder : **Schlueter, Harald**
Karl-Gayer-Strasse 14
D-6719 Weisenheim (DE)
Erfinder : **Petersen, Harro, Dr. Dipl.-Chem.**
Kalmitstrasse 23
D-6710 Frankenthal (DE)
Erfinder : **Greif, Norbert, Dr. Dipl.-Chem.**
Im Woogtal 3
D-6719 Bobenheim (DE)
Erfinder : **Strickler, Rainer, Dr. Dipl.-Chem.**
Schroederstrasse 14
D-6900 Heidelberg (DE)

EP 0 012 935 B1

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

Verfahren zum Färben und Bedrucken von Textilien mit Dispersionsfarbstoffen

Aus der DE-PS 1 811 796 ist es bekannt, zum Färben und Bedrucken von Textilien aus Cellulosefasern oder Gemischen aus Cellulosefasern und synthetischen Fasern mit Dispersionsfarbstoffen in wäßrigem Medium zu arbeiten und die wasserunlöslichen Dispersionsfarbstoffe unter Verwendung von wasserlöslichen Quell- und Farbstofflösungsmitteln in das Innere der gequollenen Cellulosefasern zu bringen. Als wasserlösliche Quell- und Farbstofflösungsmittel werden vor allem Polyäthylenglykole und deren Derivate verwendet. Bei der praktischen Anwendung dieses Verfahrens tritt während des Fixierens der Farbstoffe eine starke Nebelbildung auf, die auf verdampftes Farbstofflösungsmittel zurückzuführen ist. In Färbereibetrieben, in denen meist mit Geräten ohne spezielle Abluftführung (Spannrahmen, Zylinderfixiermaschinen, Siebtrommelanlagen und Hotflue) gearbeitet wird, macht sich die beim Fixieren auftretende Nebelbildung besonders störend bemerkbar.

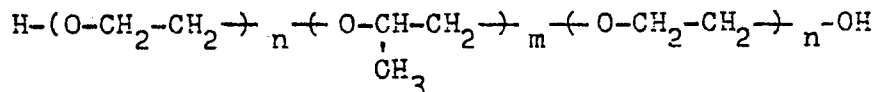
Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Färben und Bedrucken von Textilien aus Cellulosefasern oder Gemischen aus Cellulosefasern und synthetischen Fasern mit Dispersionsfarbstoffen in wäßrigem Medium in Gegenwart von wasserlöslichen Quell- und Farbstofflösungsmitteln und Fixieren der Farbstoffe durch Erhitzen der gefärbten oder bedruckten Textilien auf Temperaturen bis zu 230 °C zur Verfügung zu stellen, bei dem die Nebelbildung während des Fixierens weitgehend zurückgedrängt wird und das außerdem gute Färbungen ergibt.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man als Quell- und Farbstofflösungsmittel eine Mischung aus

a) 99 bis 1 Gew.% mindestens eines Polyäthylenglykols oder eines Blockcopolymerisates aus Äthylenoxid und Propylenoxid oder deren Äther-, Ester- oder Carbamat-Derivate und

b) 1 bis 99 Gew.% mindestens eines polyäthoxylierten Amins, dessen Äthoxylierungsgrad mindestens 3 beträgt, einsetzt.

Die als Komponente (a) der Quell- und Farbstofflösungsmittel in Betracht kommenden Polyäthylenglykole haben ein Molekulargewicht in dem Bereich von 300 bis 5 000, vorzugsweise 400 bis 1 000. Außerdem kommen Blockcopolymerisate aus Äthylenoxid und Propylenoxid in Betracht, die 10 bis 100, vorzugsweise 20 bis 50 Propylenoxid-Einheiten und 8 bis 300, vorzugsweise 10 bis 200 Äthylenoxid-Einheiten enthalten. Diese Blockcopolymerisate werden vorzugsweise dadurch hergestellt, daß man an Polypropylenglykol mit 10 bis 100 Propylenoxid-Einheiten 8 bis 300 Mol Äthylenoxid anlagert. Produkte dieser Art können mit Hilfe der Formel.



beschrieben werden, in der

$n = 8$ bis 300, vorzugsweise 10 bis 200 und

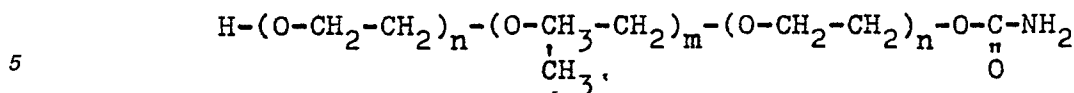
$m = 10$ bis 100, vorzugsweise 20 bis 50 bedeutet.

Außerdem eignen sich Mono- und Diäther von Polyäthylenglykolen oder Äthylenoxid-Propylenoxid-Blockcopolymerisaten als Komponente (a) der Quell- und Farbstofflösungsmittelmischung. Diese Verbindungen werden hergestellt, indem man ein- oder mehrwertige Alkohole oder Phenole mit Äthylenoxid umsetzt. Geeignete Alkohole sind beispielsweise Methanol, Äthanol, Propanol, Butanol, Hexanol, Decanol und Dodecanol, mehrwertige Alkohole, wie Äthylenglykol, Glycerin, Trimethylolpropan, Pentaerythrit und Sorbit. Die Alkohole können auch mit einem Mischgas aus Äthylenoxid und Propylenoxid umgesetzt werden. Dabei erhält man Monoäther von Polyalkylenoxiden, in denen Äthylenoxid- und Propylenoxid-Einheiten statistisch verteilt sind. Daneben kommen auch solche Derivate von Polyalkylenoxiden in Betracht, die Äthylenoxid- und Propylenoxid-Blöcke enthalten. Außer den Alkoholen kommen zur Herstellung der Äther auch Phenole in Betracht, die mit Äthylenoxid bzw. Äthylenoxid und Propylenoxid umgesetzt werden. Geeignete Phenole sind beispielsweise das unsubstituierte Phenol, die isomeren Methylphenole, Bisphenol-A, 2,5-Dimethylphenol, 2,4-Dimethylphenol, o-Phenylphenol und p-Chlorphenol, Isooctylphenol, Isononylphenol, Isododecylphenol, p-tert. Butylphenol und die entsprechenden Diisoalkylphenole.

Als Komponente (a) der Farbstofflösungsmittel eignen sich auch Carbonsäureester von Polyäthylenglykolen und Blockcopolymerisaten der oben beschriebenen Art. Die Carbonsäurepolyglykolester werden beispielsweise hergestellt, indem man z.B. einen Carbonsäureester einer C_2 - bis C_{20} -Carbonsäure mit beispielsweise einem C_1 - bis C_4 -Alkohol einer Umesterungsreaktion mit einem Polyalkylenoxid unterwirft. Als Carbonsäuren kommen sowohl gesättigte Carbonsäuren, wie Essigsäure, Propionsäure, Palmitinsäure und Stearinsäure als auch ungesättigte Carbonsäuren, wie Acrylsäure, Methacrylsäure, Maleinsäure und Ölsäure in Betracht.

Geeignete Carbamate werden beispielsweise durch Umsetzung von Harnstoff mit Polyäthylenoxiden oder Blockcopolymerisaten aus Äthylenoxid und Propylenoxid erhalten. Verbindungen dieser Art können

beispielsweise mit Hilfe der Formel



charakterisiert werden, in der

$n = 8$ bis 300 und

$m = 0$ bis 100 ist.

Neben diesen Monocarbamaten kommen die entsprechenden Biscarbamate in Betracht.

Außer Carbonsäureestern kommen auch Borsäureester in Betracht, die beispielsweise durch Veresterung von Polyäthylenglykol oder Blockcopolymerisaten aus Äthylenoxid und Propylenoxid mit Borsäure im Molverhältnis 0,5: 1 bis 3: 1 erhalten werden. Geeignete Borsäureester erhält man auch, wenn man Monoäther von Polyäthylenglykolen mit Borsäure verestert. Hierzu kann man beispielsweise C_1 - bis C_8 -einwertige Alkohole, C_2 - bis C_8 -Diöle, Glycerin, Trimethylolpropan, Pentaerythrit und Sorbit mit Äthylenoxid umsetzen, wobei man pro Hydroxylgruppe des Alkohols 1 bis 20 Äthylenoxid-Einheiten anlagert. Zur Herstellung der Oxäthylierungsprodukte kann man auch von einem Mischgas aus Äthylenoxid und Propylenoxid ausgehen, so daß man statistische Copolymerisate erhält. Man kann jedoch auch Monoäther herstellen, in denen Propylenoxid- und Äthylenoxid-Einheiten als Blöcke vorliegen. Diese Monoäther werden dann in bekannter Weise mit Borsäure verestert.

Als Komponente (b) des Quell- und Farbstofflösungsmittelgemisches verwendet man polyalkoxylierte Amine mit einem Alkoxylierungsgrad von mindestens 3. Verbindungen dieser Art sind bekannt, sie werden beispielsweise hergestellt, indem man Amine mit Äthylenoxid bzw. Propylenoxid umsetzt. Die Amine, die der Alkoxylierung unterworfen werden, enthalten mindestens eine N-H-Gruppe oder funktionelle Gruppen, die der Alkoxylierungsreaktion zugänglich sind, z.B. eine Hydroxyäthylgruppe wie im Triäthanolamin. Die geeigneten Amine enthalten mindestens ein C-Atom und mindestens ein basisches Stickstoffatom. Es kommen sowohl Mono- als auch Di- und Polyamine in Betracht, z.B. Methylamin, Äthylamin, Propylamin, Butylamin, Dimethylamin, Dibutylamin, Hexylamin, Äthanolamin, Diäthanolamin, Triäthanolamin, Piperazin, 2-Äthylcyclohexylamin, Dioxadodecandiamin, Äthylendiamin, Propylendiamin, Hexamethylendiamin, Neopentandiamin, Diäthylentriamin, Dipropylentriamin, Triäthylentetramin, Tetraäthylenpentamin, Polyäthylenimin, Anilin, N-Methylanilin, Naphthylamin, 3-Amino-1-cyclohexylaminopropan, Diamino-dicyclohexylmethan, Diamino-diphenylmethan, Imidazol, Piperazin und Polyäthylenimid.

Die in Betracht kommenden Amine werden entweder mit Äthylenoxid allein, und zwar mit 3 bis 100, vorzugsweise 8 bis 50 Mol Äthylenoxid umgesetzt oder man lagert zunächst 3 bis 100 Mol Propylenoxid an und läßt dieses Reaktionsprodukt anschließend mit 3 bis 200 Mol Äthylenoxid reagieren. Man kann jedoch auch ein 3- bis 100-fach äthoxyliertes Amin mit 4 bis 100 Mol Propylenoxid und daran anschließend mit 3 bis 100 Mol Äthylenoxid umsetzen. Man erhält auf diese Weise Blockpolymerisate der Formeln A-B-A oder B-A-B, bei denen A 3 bis 100 Äthylenoxid-Einheiten und B 3 bis 100 Propylenoxid-Einheiten bedeuten. In allen Fällen liegen wasserlösliche Produkte vor, die ein Quellmittel für die Cellulose und ein Farbstofflösungsmittel für den wasserunlöslichen Dispersionsfarbstoff darstellen. Vorzugsweise werden bei dem erfindungsgemäßen Verfahren Quell- und Farbstofflösungsmittelmischungen eingesetzt, die 95 bis 80 Gew.% einer oder mehrerer Verbindungen der Komponente (a) und 5 bis 20 Gew.% einer oder mehrerer Verbindungen der Komponente (b) enthalten.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren werden Cellulosefasern oder Gemische aus Cellulosefasern mit synthetischen Fasern gefärbt oder bedruckt. Die Cellulosefasern sind in Wasser quellbar, beispielsweise eignen sich Baumwolle und Fasern aus Regeneratcellulose, die für Wasser und das Lösungsmittelgemisch zugänglich sind. Im Falle von Fasermischungen verwendet man als synthetische Fasern vor allem Fasern aus Polyester. Daneben eignen sich als synthetische Fasern Cellulosetriacetat, Celluloseacetat und Polyamidfasern. Der Anteil an synthetischen Fasern in der Fasermischung kann in einem weiten Bereich schwanken, beispielsweise kann man Fasermischungen verwenden, die 80 bis 20 Gew.% an synthetischen Fasern enthalten. Vorzugsweise werden erfindungsgemäß textile Materialien aus Polyester und Baumwolle gefärbt oder bedruckt. Unter textilen Materialien sollen Kammzüge, Faservliese, Garne, Fäden, Strickschläuche, Stückwaren, Gewebe und Teppiche verstanden werden.

Cellulosefasern und synthetische Fasern werden erfindungsgemäß mit einer einzigen Farbstoffklasse gefärbt oder bedruckt, nämlich mit Dispersionsfarbstoffen. Die Dispersionsfarbstoffe können beispielsweise folgenden Farbstoffklassen angehören: Farbstoffe mit einer oder mehreren Azobindungen, Anthrachinonfarbstoffe, indigoide Farbstoffe und Phthalocyaninfarbstoffe. Die Farbstoffe werden unter Zusatz anionischer oder nichtionogener Dispergiermittel in eine fein verteilte Zubereitung überführt. Die Zubereitung kann als flüssige Einstellung oder in Pulverform verwendet werden. Der Reinfarbstoffgehalt liegt meistens zwischen 10 und 90 %.

Von den Dispersionsfarbstoffen werden vor allem diejenigen bevorzugt, die in Wasser bei einer Temperatur von 100°C und darunter unlöslich und im verwendeten Lösemittel bei der Fixiertemperatur gut löslich sind. Die Färbung wird erfindungsgemäß in einem wäßrigen Medium vorgenommen. Das

textile Material wird dazu beispielsweise mit einer Klotzflotte imprägniert, die pro 1 000 Gewichtsteile Flotte 30 bis 250 Gewichtsteile der Quell- und Farbstofflösungsmittelmischung aus den Komponenten (a) und (b) sowie 1 bis 200 Gewichtsteile von 20 %-igen Zubereitungen der Dispersionsfarbstoffe enthält.

Für das Bedrucken werden Druckpasten eingesetzt, die sich von den Färbeflotten dadurch unterscheiden, daß sie ein Verdickungsmittel in hoher Konzentration enthalten. Geeignete Verdickungsmittel sind die üblicherweise verwendeten Stärkeäther, Alginat, Tragant und Kernmehläther, sowie synthetische Verdickungsmittel auf Basis hochmolekularer Polymerisate äthylenisch ungesättigter Carbonsäuren mit 3 bis 5 Kohlenstoffatomen. Es handelt sich hierbei in erster Linie um Polymerisate der Acrylsäure, Methacrylsäure, Maleinsäure, Maleinsäureanhydrid, Fumarsäure und Itaconsäure sowie um Copolymerisate der genannten Carbonsäuren. Die genannten Carbonsäuren können auch mit anderen copolymerisierbaren äthylenisch ungesättigten Monomeren, wie Äthylen, Vinylestern, Acrylsäureestern, Methacrylsäureestern, Styrol, Vinyläther und Amiden von äthylenisch ungesättigten C₃- bis C₅-Carbonsäuren copolymerisiert werden. Diese Gruppe von Copolymerisaten enthält mindestens 40, vorzugsweise 75 bis 99,9 Gew.% an äthylenisch ungesättigten Carbonsäuren. Die synthetischen Verdickungsmittel haben ein hohes Molekulargewicht. Besonders geeignete synthetische Verdickungsmittel erhält man, wenn man die oben genannten äthylenisch ungesättigten Carbonsäuren mit solchen Monomeren copolymerisiert, die zwei äthylenisch ungesättigte Doppelbindungen enthalten, beispielsweise Butadien, Divinylbenzol, Butandioldiacrylat, Divinyldioxan oder Diallylphthalat. Diese Monomeren sind zu etwa 0,05 bis 5 Gew.% am Aufbau der hochmolekularen Copolymerisate beteiligt. 1 000 Gewichtsteile der Druckpaste enthalten im allgemeinen 10 bis 80 Gewichtsteile eines synthetischen oder natürlichen Verdickungsmittels.

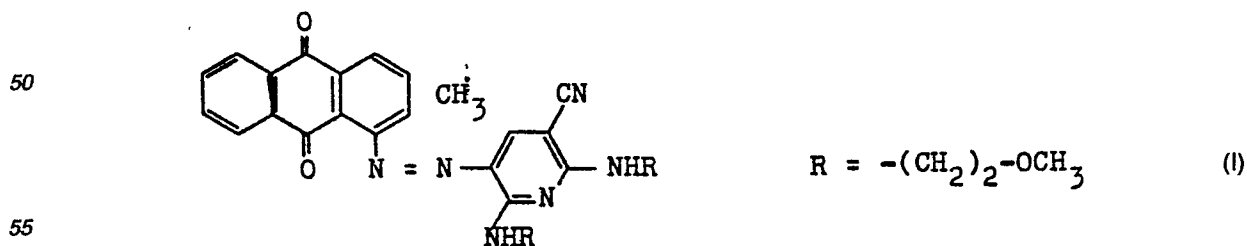
Gefärbt wird beispielsweise, indem man die Textilien mit einer Färbeflotte klotzt, wobei die Flottenaufnahme in dem Bereich von 25 bis 120 % liegen kann. Nach dem Klotzen erfolgt in der Regel ein Zwischentrocknen des Materials bei Temperaturen von 90 bis 120 °C und daran anschließend das Fixieren bei Temperaturen von 180 bis 230, vorzugsweise mit Heißluft bei 210 bis 220 °C. Fixiert wird beispielsweise im Spannrahmen, auf der Hotflue oder auf Siebtrommelanlagen. Für die Fixierung benötigt man etwa 15 bis 120, vorzugsweise 45 bis 90 sec. Es kann auch Heißdampf bei 180 bis 190 °C verwendet werden. Dabei ist die Fixierzeit auf 5 bis 10 Minuten zu verlängern. Man erhält auch bei Fasermischungen ein Ton-in-Ton gefärbtes textiles Material, das kalt und warm gespült und mit handelsüblichen Waschmitteln gewaschen werden kann. Obwohl die Fixierung der Farbstoffe bei relativ hohen Temperaturen erfolgt, wird überraschenderweise keine oder nur eine sehr geringfügige Nebelbildung in Folge von verdampfendem Quell- und Farbstofflösungsmittel beobachtet. Die Fixierausbeute ist sehr gut und es werden Färbungen mit guten Wasch- und Reibechtheiten erhalten.

Die gleichen Vorteile werden auch beim Drucken erreicht. Die Klotzflotten und Druckpasten können noch die üblichen Zusätze, wie pH-Regulatoren, Antimigrationsmittel, Antifrostingmittel, Emulgatoren, Dispergiermittel, Egalisiermittel, Fixierbeschleuniger und Schaumdämpfer enthalten. Im Anschluß an das Fixieren der Farbstoffe wird das gefärbte oder bedruckte Gewebe gespült und einer Nachwäsche bei Kochtemperatur unterworfen, bei der übliche Waschmittel verwendet werden können.

Die Erfindung wird anhand der folgenden Beispiele näher erläutert. Die in den Beispielen angegebenen Teile sind Gewichtsteile, die Angaben in Prozent sind Gewichtsprozent.

Beispiel 1

Ein Gewebe aus 65 Teilen Polyester-Fasern und 35 Teilen mercerisierter Baumwolle wurde mit einer Flotte imprägniert, die 5 g/l einer 20 %-igen Zubereitung des braunen, wasserunlöslichen Dispersionsfarbstoffes der Formel



und 80 g/l eines der nachstehend angegebenen Quell- und Farbstofflösungsmittel 1) bis 14) oder deren Mischungen (vgl. Tabelle) enthalten.

- Als Komponente (a) des Quell- und Farbstofflösungsmittels dienten folgende Verbindungen:
- 1) Polyäthylenglykol (Molekulargewicht 600)
 - 2) Polyäthylenglykol (Molekulargewicht 1500)
 - 3) 1 Mol Isooctylphenol umgesetzt mit 14 Mol Äthylenoxid
 - 4) Umsetzungsprodukt aus Acrylsäuremethylester und Polyäthylenglykol (Molekulargewicht 400) im Molverhältnis 1: 1

Als Komponente (b) des Quell- und Farbstofflösungsmittels wurden folgende Verbindungen eingesetzt:

- 5) Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Butylamin und 14 Mol Äthylenoxid
- 6) Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Neopentandiamin und 15,6 Mol Äthylenoxid
- 7) Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Äthylendiamin und 35 Mol Äthylenoxid
- 8) Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Äthylendiamin und 8 Mol Propylenoxid, das mit 8 Mol Äthylenoxid zur Reaktion gebracht wurde
- 9) Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Äthylendiamin und 16 Mol Propylenoxid, das anschließend mit 16 Mol Äthylenoxid zur Reaktion gebracht wurde
- 10) Umsetzungsprodukt aus Hexamethyldiamin und 15 Mol Äthylenoxid
- 11) Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Triäthanolamin und 14 Mol Äthylenoxid
- 12) Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Anilin und 10 Mol Äthylenoxid
- 13) Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Piperazin und 16 Mol Äthylenoxid

Der pH-Wert der Flotten wurde mit Glutarsäure auf 6 eingestellt. Die Flottenaufnahme des Gewebes betrug 50 %. Die Gewebestücke wurden dann 60 Sekunden bei einer Temperatur von 120 °C getrocknet und danach 60 Sekunden bei 215 °C in einem Labortrockner fixiert. Danach wurde das Gewebe kalt und warm gespült und 5 Minuten bei 100 °C in Gegenwart eines handelsüblichen Waschmittels gewaschen.

Die Gewebestücke wurden in allen Fällen im klimatisierten Zustand vor dem Imprägnieren, nach dem Zwischentrocknen und nach der Behandlung bei 215 °C gewogen. Aus den gefundenen Werten wurde derjenige prozentuale Anteil des aufgetragenen Lösemittels ermittelt, der bei der Hitzebehandlung verdampft ist.

In der folgenden Tabelle sind die Flüchtigkeiten der Verbindungen 1) bis 13) sowie von Mischungen im Gewichtsverhältnis 1: 1 der Stoffe beim Einsatz als Quell- und Farbstofflösungsmittel beim Färben zusammengestellt.

Tabelle

Verbindung	% flüchtig	Produktgemisch	% flüchtig	
			gefunden	berechnet
1	14	1 + 9	7	10
2	14	2 + 9	6	10
3	17	3 + 9	2	11,5
4	17	4 + 9	9	11,5
5	11	5 + 2	5	12,5
6	11	6 + 2	5	12,5
7	2	7 + 2	0	8
8	8	8 + 2	2	11
9	6	9 + 2	6	10
10	15	10 + 2	6	14,5
11	7	11 + 2	2	10,5
12	5	12 + 2	0	9,5
13	9	13 + 2	3	11,5

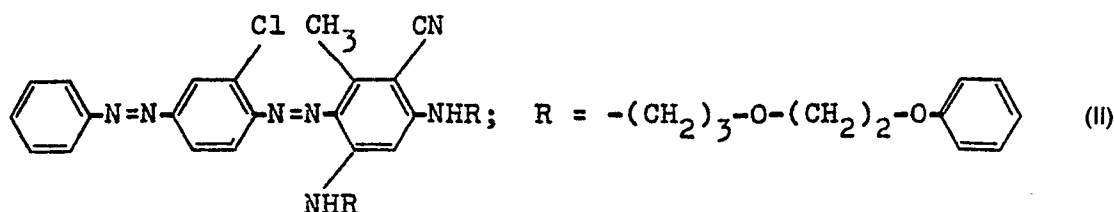
Die für die Mischungen berechneten Werte wurden aus dem arithmetischen Mittel der flüchtigen Anteile der beiden Komponenten der Mischung erhalten.

Man erkennt, daß in allen Fällen das Gemisch weniger flüchtig ist, als zu erwarten war.

In allen Fällen wurde mit den Mischungen eine hellbraune Färbung erhalten, die gute Echtheiten aufwies.

Beispiel 2

Ein Gewebe aus 65 Teilen Polyester-Faser und 35 Teilen mercerisierter Baumwolle wird mit einer Flotte imprägniert, die 10 g/l einer 20 %-igen flüssigen Zubereitung des roten wasserunlöslichen Dispersionsfarbstoffs der Formel



und 80 g/l eines Quell- und Farbstofflösungsmittels aus einer Mischung aus 3 Teilen Polyäthylenglykol mit einem Molekulargewicht von 1 500 und 1 Teil eines Umsetzungsprodukts aus 1 Mol Neopentandiamin und 15,6 Mol Äthylenoxid enthält. Der pH-Wert der Klotzflotte wird mit Glutarsäure auf 6 eingestellt. Das Gewebe wird mit der Klotzflotte imprägniert, wobei die Flottenaufnahme 45 % beträgt. Das Gewebe wird dann 60 Sekunden bei einer Temperatur von 120 °C getrocknet und 90 Sekunden bei 225 °C in einem kontinuierlich arbeitenden Labortrockner fixiert. Danach wird es kalt und warm gespült und 5 Minuten bei 100 °C in Gegenwart eines handelsüblichen Waschmittels gewaschen. Der Farbstoff ist fast vollständig auf dem Gewebe fixiert. Man erhält eine rote Färbung mit guten Wasch- und Reibechtheiten.

Bei der Fixierung des Farbstoffs sind, wie gravimetrisch bestimmt wurde, 3 % des aufgebrachten Lösungsmittels verdampft. Beträgt das Verhältnis von Polyäthylenglykol zu dem Umsetzungsprodukt aus Neopentandiamin und Äthylenoxid 15: 1, so verdampfen unter den angegebenen Fixierbedingungen 7 % des Quell- und Lösungsmittelgemisches.

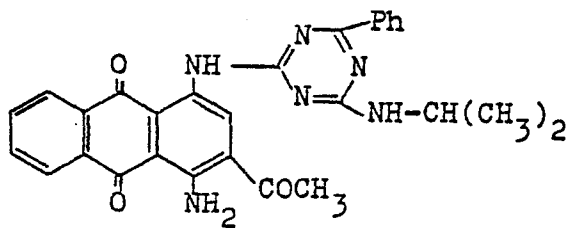
Verwendet man dagegen als Quell- und Farbstofflösungsmittel allein das Polyäthylenglykol eines Molekulargewichts von 1 500, so verdampfen unter den Fixierbedingungen 14 Gew.%. Verwendet man das Umsetzungsprodukt von Neopentandiamin mit 15,6 Mol Äthylenoxid als alleiniges Quell- und Farbstofflösungsmittel, so verdampfen unter den Fixierbedingungen bei 225 °C 15 %.

Beispiel 3

Das im Beispiel 1 angegebene Textilmaterial wird mit einer Färbeflotte imprägniert, die 20 g/l einer 20 %-igen Zubereitung des Farbstoffs der Formel I (Beispiel 1) und als Quell- und Farbstofflösungsmittel 60 g/l einer Mischung aus 1 Teil eines Umsetzungsproduktes aus 1 Mol i-Octylphenol und 14 Mol Äthylenoxid und 2 Teilen eines Umsetzungsproduktes aus 1 Mol Piperazin und 16 Mol Äthylenoxid enthält. Der pH-Wert der Flotte wurde mit Glutarsäure auf 6 eingestellt. Die Flottenaufnahme betrug 50 %. Das Gewebe wurde 60 Sekunden bei einer Temperatur von 120 °C getrocknet und anschließend zur Fixierung des Farbstoffs 30 Sekunden auf eine Temperatur von 225 °C in einem kontinuierlich arbeitenden Labortrockner erhitzt. Die Färbung wurde wie im Beispiel 2 beschrieben fertiggestellt. Man erhielt eine helle Braunfärbung mit guten Echtheitseigenschaften. Der Auswaschverlust war sehr gering. Der Gewichtsverlust der Gewebeprobe nach der Fixierung war nicht höher als bei einem Vergleichsversuch, bei dem die Flotte wohl die Farbstoffpräparation aber kein Quell- und Farbstofflösungsmittel enthielt.

Beispiel 4

Das im Beispiel 1 genannte Textilmaterial wurde mit einer Färbeflotte imprägniert, die 100 g/l einer 20 %-igen Zubereitung des blauen Farbstoffs der Formel



(III)

und als Quell- und Farbstofflösungsmittel 100 g/l eines Gemisches aus 95 Teilen eines Additionsproduktes aus 1 Mol Acrylsäuremethylester und 1 Mol Polyäthylenglykol vom Molekulargewicht 400 (Alkoxypropionsäurederivat) und 5 Teilen eines Umsetzungsproduktes aus 1 Mol Anilin mit 10 Mol Äthylenoxid enthielt. Der pH-Wert der Flotte wurde mit Zitronensäure auf 6 eingestellt. Die Flottenaufnahme betrug 50 %. Das Gewebe wurde 60 Sekunden bei einer Temperatur von 120 °C getrocknet und anschließend zur Fixierung des Farbstoffs 90 Sekunden auf 220 °C in einem kontinuierlich arbeitenden Labortrockner erhitzt. Der dabei verdampfte Lösemittelanteil war geringer als bei Verwendung des Alkoxypropionsäurederivates allein, er betrug etwa 5 %. Die Färbung wird nach der im Beispiel 2 angegebenen Vorschrift fertiggestellt. Man erhält eine tiefe Blaufärbung mit guten Licht- und Naßeigenschaften. Der Auswaschverlust ist sehr gering.

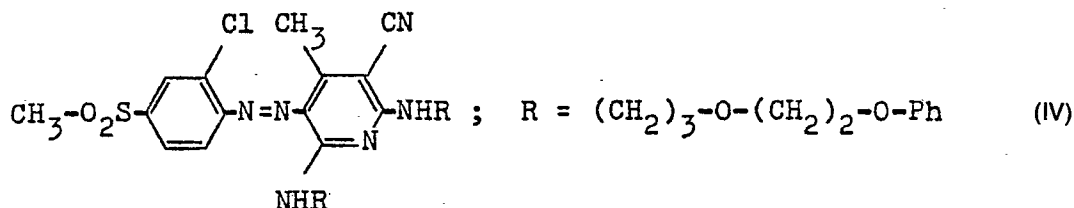
Beispiel 5

Das im Beispiel 1 angegebene Textilmaterial wird mit einer Färbeflotte imprägniert, die 80 g/l des Farbstoffs I (vgl. Beispiel 1) und als Quell- und Farbstofflösungsmittel 80 g/l einer Mischung aus 80 Teilen

eines Polyäthylenglykols mit einem Molekulargewicht von 1 500 und 20 Teilen eines Umsetzungsprodukts aus 1 Mol Hexamethyldiamin und 15 Mol Äthylenoxid enthält. Der pH-Wert der Flotte wurde mit Zitronensäure auf 5 eingestellt. Die Flottenaufnahme betrug 50 %. Das Gewebe wurde 60 Sekunden bei einer Temperatur von 120 °C getrocknet und zur Fixierung des Farbstoffs 60 Sekunden bei einer Temperatur von 215 °C in einem Labortrockner erhitzt. Die Färbung wird wie im Beispiel 2 beschrieben fertiggestellt. Man erhält bei geringerem Auswaschverlust eine dunkle rot-braune Färbung mit guten Wasch-, Licht- und Reibechtheiten. Beim Fixierprozeß verdampfte praktisch kein Lösemittel.

Beispiel 6

Ein Gewebe aus einer Fasermischung aus 50 Teilen Polyesterfasern und 50 Teilen Baumwolle wird mit einer wäßrigen Flotte imprägniert, die 20 g/l einer 20 %-igen Zubereitung des Farbstoffs der Formel



und als Quell- und Farbstofflösungsmittel 50 g/l einer Mischung aus 80 Teilen eines Polyäthylenglykols mit einem Molekulargewicht von 600 und 20 Teilen eines Umsetzungsproduktes aus 1 Mol Triäthanolamin und 14 Mol Äthylenoxid enthält. Der pH-Wert der Flotte wurde mit Glutarsäure auf 7 eingestellt. Die Flottenaufnahme betrug 52 %. Das Textilmaterial wurde 60 Sekunden bei 120 °C getrocknet und anschließend 90 sec bei 210 °C in einem Labortrocknungsaggregat erhitzt. Die Färbung wurde danach wie im Beispiel 2 angegeben fertiggestellt. Man erhielt bei sehr geringem Auswaschverlust eine rotstichige Gelbfärbung mit guten Licht-, Naß- und Reibechtheiten. Der Gewichtsverlust der Gewebeprobe nach dem Fixierprozeß war nicht höher als bei einem Vergleichsversuch, bei dem das Gewebe mit einer Flotte, die in diesem Fall nur den Farbstoff, aber kein Quell- und Farbstofflösungsmittel enthält, geklotzt, getrocknet und unter gleichen Bedingungen fixiert wurde.

Beispiel 7

Ein mercerisierter Baumwoll-Körper wird mit einer Farbstoffflotte imprägniert, die 20 g/l des wasserunlöslichen Farbstoffs der Formel II (vgl. Beispiel 2) und 120 g/l Quell- und Farbstofflösungsmittelgemisch, das 90 Teile eines Umsetzungsprodukts aus 1 Mol Pentaerythrit und 7 Mol Äthylenoxid und 10 Teile eines Umsetzungsprodukts aus 1 Mol Butylamin und 14 Mol Äthylenoxid enthält. Der pH-Wert der Flotte wurde mit Glutarsäure auf 6 eingestellt. Die Flottenaufnahme betrug 53 %. Das Gewebe wurde 60 Sekunden bei einer Temperatur von 120 °C getrocknet und zur Fixierung des Farbstoffes 60 Sekunden bei einer Temperatur von 200 °C in einem Labortrockner erhitzt. Die Färbung wird nach der im Beispiel 2 angegebenen Vorschrift fertiggestellt. Man erhält ohne bedeutende Auswaschverluste eine helle Rotfärbung mit guten Naß- und Reibechtheiten. Beim Fixierprozeß verdampft praktisch kein Lösemittel, wie ein Vergleichsversuch zeigt, der in Abwesenheit eines Quell- und Farbstofflösungsmittels durchgeführt wurde.

Beispiel 8

Ein mercerisierter Baumwoll-Körper wurde mit einer wäßrigen Färbeflotte imprägniert, die 80 g/l Farbstoff (IV) (vgl. Beispiel 6) und 200 g einer Mischung aus 80 Teilen eines Polyäthylenglykols mit einem Molgewicht von 800 und 20 Teilen eines Blockpolymeren aus 1 Mol Äthylendiamin, 8 Mol Propylenoxid und 8 Mol Äthylenoxid enthielt. Der pH-Wert der Flotte wurde mit Zitronensäure auf 6 gestellt. Die Flottenaufnahme betrug 52 %.

Anschließend wurde das Gewebe wie üblich bei 120 °C getrocknet und 30 Sekunden bei 215 °C in einem Labortrockner fixiert. Beim Fixierprozeß verdampfte praktisch kein Lösemittel. Nach dem Spülen und Waschen erhielt man bei sehr geringem Farbstoffverlust eine brillante, intensive gold-orange Färbung mit guten Echtheiten.

Beispiel 9

Ein Gewebe aus 67 Teilen Polyesterfaser und 33 Teilen Baumwolle (mercerisiert) wurde mit einer Flotte imprägniert, die 100 g/l einer Mischung aus 80 Teilen eines Borsäureesters von Polyäthylenglykol (Molgewicht etwa 800) im Molverhältnis 1 : 3 und 20 Teilen Äthylendiamin, umgesetzt mit 35 Mol

0 012 935

Äthylenoxid, enthielt. Die Flottenaufnahme betrug 80 %. Anschließend wurde 15 Minuten bei 60 bis 70 °C getrocknet.

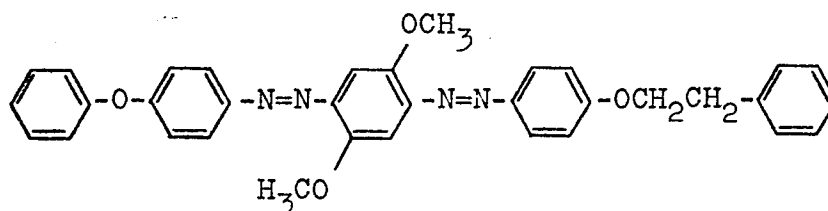
Auf das Substrat wurde folgende Druckpaste gedruckt :

5	500 Teile	wäßrige Stärkeäther-Verdickung (10 %)
	2 Teile	Zitronensäure
	10 Teile	m-nitrobenzolsulfonsaures Natrium
	50 Teile	Farbstoff II
	x Teile	Wasser
10		
	1 000 Teile	

Nach dem Drucken wurde 2 Minuten bei 130 °C getrocknet und 90 Sekunden bei 210 °C mit Heißluft behandelt, kalt und warm gespült, heiß geseift und kalt nachgespült. Bei der Hitzebehandlung waren keine Lösemittelnebel festzustellen.

Man erhält einen leuchtend roten Druck auf weißem Fond.

Beispiel 9 wurde wiederholt, jedoch anstelle des Farbstoffes II mit 50 Teilen des rotorangenen Farbstoffes der Formel



Man erhält eine gute Durchfärbung des Mischgewebes. Beim Fixieren trat keine Nebelbildung auf.

Beispiel 10

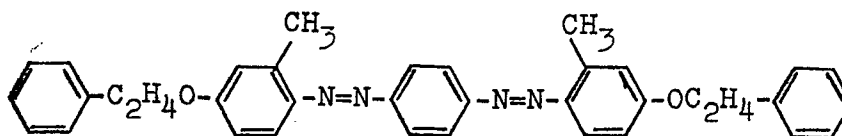
Ein Gewebe aus Polyester/Baumwolle (im Gewichtsverhältnis 67 : 33) wird mit folgender Druckpaste bedruckt :

35	500 Teile	einer 10 %-igen wäßrigen Alginatverdickung
	2 Teile	Zitronensäure,
	30 Teile	Natriumchlorat (33 %)
40	95 Teile	eines Polyäthylenglykols (Molgewicht etwa 600)
	5 Teile	Triäthanolamin, umgesetzt mit 42,5 Mol Äthylenoxid
	50 Teile	Farbstoff IV
	x Teile	Wasser
45		
	1 000 Teile	

Nach dem Drucken wird wie im Beispiel 9 beschrieben, getrocknet, 4 Minuten bei 190 °C mit Heißdampf behandelt, gespült, geseift und gespült.

Eine Nebelbildung bei der Hitzebehandlung konnte nicht festgestellt werden. Man erhält einen klaren gelben Druck auf weißem Fond.

Die gleichen Ergebnisse erhält man, wenn anstelle des Farbstoffes IV 50 Teile des gelben Farbstoffes der Formel

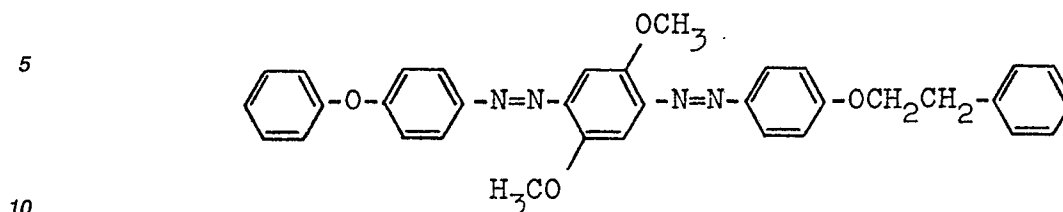


verwendet werden.

Beispiel 11

Beispiel 9 wurde wiederholt, jedoch anstelle des Farbstoffes II mit 50 Teilen des rotorangenen

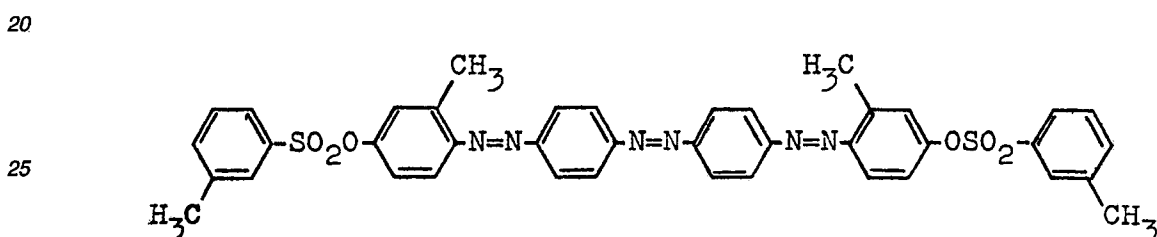
Farbstoffes der Formel



Man erhält eine gute Durchfärbung des Mischgewebes. Beim Fixieren trat keine Nebelbildung auf.

15 Beispiel 12

Beispiel 4 wurde wiederholt, jedoch mit der Ausnahme, daß anstelle des blauen Farbstoffes der Formel III dieselbe Menge des braungelben Farbstoffes der Formel



30 verwendet wurde. Auch in diesem Fall betrug der beim Fixieren verdampfte Anteil des Quell- und Farbstofflösemittels ca. 5%.

35 Ansprüche

1. Verfahren zum Färben und Bedrucken von Textilien aus Cellulosefasern oder Gemischen aus Cellulosefasern und synthetischen Fasern mit Dispersionsfarbstoffen in wäßrigem Medium in Gegenwart von wasserlöslichen Quell- und Farbstofflösungsmitteln und Fixieren der Farbstoffe durch Erhitzen der gefärbten oder bedruckten Textilien auf Temperaturen bis zu 230 °C, dadurch gekennzeichnet, daß man als Quell- und Farbstofflösungsmittel eine Mischung aus

40 a) 99 bis 1 Gew. % mindestens eines Polyäthylenglykols oder eines Blockcopolymerisates aus Äthylenoxid und Propylenoxid oder deren Äther-, Ester- oder Carbamat-Derivate und

45 b) 1 bis 99 Gew. % mindestens eines polyäthoxylierten Amins, dessen Äthoxylierungsgrad mindestens 3 beträgt, einsetzt.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das Quell- und Farbstofflösungsmittel in einer Menge von 30 bis 250 Gewichtsteilen pro 1 000 Gewichtsteile der Flotte oder Druckpaste einsetzt.

3. Verfahren gemäß den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Komponente b) 50 des Quell- und Farbstofflösungsmittels 3- bis 100-fach äthoxylierte Amine einsetzt.

4. Verfahren gemäß den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Komponente b) des Quell- und Farbstofflösungsmittelgemisches polyalkoxylierte Amine einsetzt, deren Polyalkylenoxidkette aus Blockcopolymerisaten aus 3 bis 100 Propylenoxid- und 3 bis 200 Äthylenoxid-Einheiten aufgebaut und über die Propylenoxid- oder die Äthylenoxid-Einheiten an das Amin gebunden ist.

55 5. Verfahren gemäß den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Komponente b) des Quell- und Farbstofflösungsmittelgemisches polyalkoxylierte Amine einsetzt, deren Polyalkylenoxidkette aus Blockcopolymerisaten der Formeln A-B-A oder B-A-B aufgebaut ist, wobei A 3 bis 100 Äthylenoxid- und B 4 bis 100 Propylenoxid-Einheiten bedeuten.

60

Claims

1. A process for dyeing or printing textiles of cellulosic fibers or blends of cellulosic fibers and synthetic fibers with disperse dyes in an aqueous medium in the presence of water-soluble swelling agents and dye solvents, and for fixing the dyes by heating the dyed or printed textiles at up to 230 °C,

65

characterized in that there is used as swelling agent and dye solvent a mixture of

a) from 99 to 1 % by weight of at least one polyethylene glycol or at least one block copolymer of ethylene oxide and propylene oxide or their ether, ester or carbamate derivatives, and

b) from 1 to 99 % by weight of at least one polyoxyalkylated amine whose degree of oxyethylation is at least 3.

2. A process as claimed in claim 1, characterized in that the swelling agent and dye solvent is used in an amount of from 30 to 250 parts by weight per 1 000 parts by weight of the liquor or print paste.

3. A process as claimed in claims 1 and 2, characterized in that an amine oxyethylated with from 3 to 100 moles of ethylene oxide is used as component b) of the swelling agent and dye solvent.

4. A process as claimed in claims 1 and 2, characterized in that a polyalkoxylated amine, the polyalkylene oxide chain of which is composed of a block copolymer consisting of blocks of from 3 to 100 propylene oxide units and of from 3 to 200 ethylene oxide units, and is attached to the amine via the propylene oxide or ethylene oxide units, is used as component b) of the swelling agent and dye solvent mixture.

5. A process as claimed in claims 1 and 2, characterized in that a polyoxyalkylated amine, the polyalkylene oxide chain of which is composed of a block copolymer of the formula A-B-A or B-A-B, where A is a block of from 3 to 100 ethylene oxide units and B is a block of from 4 to 100 propylene oxide units, is used as component b) of the swelling agent and dye solvent mixture.

Revendications

1. Procédé de teinture et d'impression de matières textiles en fibres cellulosiques ou en mélanges de fibres cellulosiques et de fibres synthétiques avec des colorants de dispersion en milieu aqueux en présence d'agents gonflants et de solvants pour les colorants hydrosolubles avec fixation des colorants par chauffage des matières textiles teintées ou imprimées à des températures pouvant aller jusqu'à 230 °C, caractérisé en ce que l'on emploie comme agents gonflants et solvants un mélange de :

a) 99 à 1 % en poids d'au moins un polyéthylène-glycol ou d'un copolymère à blocs d'oxyde d'éthylène et d'oxyde de propylène ou de leurs éthers, esters ou carbamates, et de

b) 1 à 99 % en poids d'une amine polyéthoxylée avec un degré d'éthoxylation d'au moins 3.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'agent gonflant et solvant est employé en une proportion de 30 à 250 parties en poids pour 1 000 parties en poids de bain de teinture ou de pâte d'impression.

3. Procédé suivant l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la composante b) du mélange d'agent gonflant et solvant est une amine avec un degré d'éthoxylation de 3 à 100.

4. Procédé suivant l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on emploie comme composante b) du mélange d'agent gonflant et solvant des amines polyalcoylées, dont la chaîne poly(oxyde d'alcoylène) est constituée de copolymères à blocs de 3 à 100 unités oxyde de propylène et de 3 à 200 unités oxyde d'éthylène et est liée à l'amine par l'intermédiaire des unités oxyde de propylène ou des unités oxyde d'éthylène.

5. Procédé suivant l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on emploie comme composante b) du mélange d'agent gonflant et solvant des amines polyalcoylées, dont la chaîne poly(oxyde d'alcoylène) est constituée de copolymères à blocs de structure A-B-A ou B-A-B, où A représente 3 à 100 unités oxyde d'éthylène et B 4 à 100 unités oxyde de propylène.