

⑫

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

⑳ Anmeldenummer: 80101636.1

⑤① Int. Cl.<sup>3</sup>: **D 06 P 3/66**  
**D 06 P 3/82**

㉔ Anmeldetag: 27.03.80

③① Priorität: 05.04.79 DE 2913718

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
15.10.80 Patentblatt 80/21

⑥④ Benannte Vertragsstaaten:  
CH DE FR GB

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

⑦② Erfinder: **Greiner, Konrad, Dr.**  
**Gerstenkamp 14**  
**D-5000 Köln 80(DE)**

⑦② Erfinder: **Hildebrand, Dietrich, Dr.**  
**Wingensiefer Kamp 13**  
**D-5068 Odenthal(DE)**

⑦② Erfinder: **Schulz, Rolf, Ing.Grad.**  
**Am Vogelgesang 25**  
**D-6239 Eppstein 3/Taunus(DE)**

⑤④ Verfahren zum Färben von Cellulosefasern und Cellulosefasern enthaltenden Fasermischungen mit Reaktivfarbstoffen.

⑤⑦ Verfahren zum Färben von Cellulosefasern und Cellulosefasern enthaltenden Fasermischungen mit Reaktivfarbstoffen nach dem Einbad-Ausziehverfahren, dadurch gekennzeichnet, daß man unter HT-Bedingungen bei pH-Werten von 7 - 8,5 mit Farbstoffen färbt, die eine Dihalogentriazinyl-, Monofluorotriazinyl-, Fluoropyrimidinyl-, oder Dichlorchinoxalinyl-Reaktivgruppe enthalten.

**EP 0 017 172 A1**

- 1 -

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT  
Zentralbereich  
Patente, Marken und Lizenzen

5090 Leverkusen, Bayerwerk  
My/Bä

Verfahren zum Färben von Cellulosefasern und Cellulosefasern  
enthaltenden Fasermischungen mit Reaktivfarbstoffen.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren  
zum Färben von Cellulosefasern und Cellulosefasern ent-  
haltenden Fasermischungen mit Reaktivfarbstoffen nach dem  
Einbad-Ausziehverfahren, dadurch gekennzeichnet, daß man  
5 unter HT-Bedingungen mit Farbstoffen färbt, die eine  
Dihalogen-triazinyl-, Monofluor-triazinyl-, Fluorpyrimidinyl- oder  
Dichlorchinoxalinyll-Reaktivgruppe enthalten.

Unter HT-Bedingungen wird dabei verstanden:  
Temperatur: Kochtemperatur und höher,  
10 beispielsweise 100-130°C, insbesondere etwa 105-120°C.

Das Verfahren wird im allgemeinen bei pH-Werten von etwa  
7 - 8, 5, speziell bei etwa 7 - 7,5 durchgeführt.

Der optimale pH-Bereich hängt dabei von der Art und Menge des Farbstoffs ab. Er ist umso höher, je weniger reaktiv der Farbstoff ist. Die Menge an alkalischem Mittel soll vorzugsweise nicht wesentlich höher sein, als für die Farbstoff-Fixierung  
5 stöchiometrisch erforderlich ist.

Geeignete Puffer zur Einstellung des pH-Werts sind beispielsweise Natriumbicarbonat, Dinatriumhydrogenphosphat, Borax oder übliche Puffersysteme, die in der Lage sind, den oben-  
genannten pH-Bereich aufrechtzuerhalten.

- 10 Vorzugsweise setzt man etwa 1-3 g Natriumbicarbonat oder Dinatriumhydrogenphosphat (gegebenenfalls in Kombination mit Natriumdihydrogenphosphat ) pro Liter Färbeflotte ein.

Die optimale Menge richtet sich nach der Art und Menge des eingesetzten Farbstoffs.

- 15 Das Verfahren wird bevorzugt als "all-in"-Verfahren durchgeführt. Es ist besonders vorteilhaft für Reaktivfarbstoffe mit Hydrolysen-Konstanten  $K_w \geq 1 \cdot 10^{-3}$  (bei pH 10,0 und 60° gemessen; vergleiche Venkataraman: The Chemistry of Synthetic Dyes; Academic Press, New York, 1972, Band VI,  
20 Seite 352), d.h. insbesondere für Fluorpyrimidinyl-, Mono-fluortriazinyl- und Dichlorchinoxalinyll-Farbstoffe.

Farbstoffe der genannten Art sind in der Literatur in großer Zahl beschrieben. Bevorzugt gelangen dabei Azo-, Anthrachinon- und Phthalocyan-Farbstoffe zur Anwendung.

Das Verfahren eignet sich vorzugsweise zum einbadigen Färben von Baumwolle- und Zellwolle -Mischmaterialien in Strang und Stück, insbesondere solchen mit Polyester und Polyamid; Rayon-Spinnkuchen und Zellwolle-Kreuzspulen sowie  
5 mercerisierter Baumwolle in Garn- und Stückform.

Bei Verwendung einer Mischung aus Reaktivfarbstoffen und Dispersionsfarbstoffen lassen sich bei Cellulose-Polyester-Mischmaterialien beide Faserarten gleichzeitig färben, ebenso bei  
10 Cellulose-Polyamid-Mischmaterialien mit Reaktivfarbstoffen und sauren bzw. Metallkomplexfarbstoffen.

Das Verfahren wird im Einzelnen folgendermaßen durchgeführt:

Eine in einem Färbeapparat (z.B. Garnfärbeapparat, Haspelkufe oder Jetfärbeapparat) befindliche Färbeflotte, welche Farbstoff, Textilmaterial (Flottenverhältnis etwa 1:5 - 1:20), Alkalispender (insbesondere Natriumbicarbonat) und weitere übliche Zusätze, beispielsweise Salze wie Natriumsulfat, sowie Reduktionsinhibitoren wie m-nitrobenzolsulfonsaures Natrium enthält, wird in etwa 15-60 Minuten  
20 auf 100 - 130° erhitzt und bei dieser Temperatur gehalten. bis die Färbung beendet ist.

Bei Zellwolle wird vorzugsweise so gearbeitet, daß Fasermaterial, Farbstoff und alle Hilfsstoffe in eine auf etwa  
25 70°C vorgeheizte Flotte eingebracht werden und danach auf HT-Temperatur aufgeheizt wird.

Beispiel 1

100 Teile eines Rayongarnes in Form eines Spinnkuchens werden in einem HT-Garnfärbeapparat mit einer 75°C warmen Flotte versetzt, die

- 5                    5 Teile des Farbstoffs I  
                    2 Teile des Farbstoffs II  
                    1500 Teile Wasser  
                    75 Teile Natriumsulfat

und

- 10                   7,5 Teile m-nitrobenzolsulfonsaures Natrium enthält  
und deren Durchströmungsrichtung in folgendem Wechsel  
geändert wird: 3 Minuten von innen nach außen und 3 Minuten  
von außen nach innen. Anschließend wird auf 100°C  
erhitzt und während dieser Zeit 1,5 Teile Natriumbicarbonat  
15 innerhalb von 10 Minuten zugesetzt. Daraufhin wird die  
Temperatur bei statischem Druck auf 106°C gebracht und bei  
dieser Temperatur 45 Minuten gefärbt. Anschließend wird  
wie üblich gespült, kochend geseift und getrocknet.

- 20                   Man erhält eine tiefe, gut durchgefärbte egale Grünfärbung  
mit guten Echtheitseigenschaften.

Beispiel 2

100 Teile eines Zellwollfasergarns auf Kreuzspule werden in einem HT-Garnfärbeapparat mit einer 80°C warmen Flotte versetzt, die

- 5 -

- 6 Teile des Farbstoffs III  
1 Teil Dinatriumhydrogenphosphat  
1500 Teile Wasser  
120 Teile Natriumsulfat  
5 und  
3 Teile m-nitrobenzolsulfonsaures Natrium enthält.

Anschließend wird bei guter Flottenzirkulation auf 110°C erwärmt und 60 Minuten bei dieser Temperatur gefärbt.

- Man erhält eine tiefe egale Rotfärbung mit guten Echtheitseigenschaften.  
10

Verwendet man anstelle des Farbstoffs III gleiche Teile des Farbstoffs IV, so erhält man eine gleichwertige Färbung.

### Beispiel 3

- 15 100 Teile eines Mischgewebes bestehend aus 30 Teilen Zellwolle und 70 Teilen Polyester werden auf einer HT-Haspelkufe mit einer 65°C warmen Flotte versetzt, bestehend aus  
2000 Teilen Wasser  
20 1 Teil Natriumdinaphthylmethansulfonat  
2 Teilen des Farbstoffs V  
2 Teilen des Farbstoffs VI  
6 Teilen Natrium-m-nitrobenzolsulfonat  
100 Teilen Natriumsulfat  
25 0,1 Teil Natriumdihydrogenphosphat  
2 Teilen Dinatriumhydrogenphosphat.

Nach Zugabe des Dinatriumhydrogenphosphates wird unter statischem Druck die Temperatur des Färbebad auf 120°C gebracht und 90 Minuten bei dieser Temperatur gefärbt. Anschließend wird die erschöpfte Flotte abgelassen und wie  
5 üblich gespült und 10 Minuten kochend geseift. Man erhält eine tiefe Blaufärbung mit guten Echtheitseigenschaften.

#### Beispiel 4

100 Teile eines Mischgewebes aus 50 Teilen Zellwolle und 50 Teilen Nylon 6,6 werden auf einer HT-Haspelkufe mit  
10 einer 70°C warmen Flotte versetzt, bestehend aus

2000 Teilen Wasser  
3 Teilen des Farbstoffs VII  
6 Teilen Natrium-m-nitrobenzolsulfonat  
100 Teilen Natriumsulfat.

15 Die Flotte wird unter lebhafter Zirkulation auf 110°C gebracht und 1 Stunde bei dieser Temperatur belassen. Anschließend wird wie üblich die erschöpfte Restflotte abgelassen und gespült sowie 8 Minuten kochend geseift.

20 Man erhält eine tiefe, gleichmäßige Scharlachfärbung auf beiden Faserkomponenten.

Beispiel 5

100 Teile eines Schlingengewebes aus 50 Teilen Baumwolle und 50 Teilen Nylon 6 werden auf einem HT-Jetfärbeapparat mit einer 70°C warmen Flotte versetzt, bestehend aus

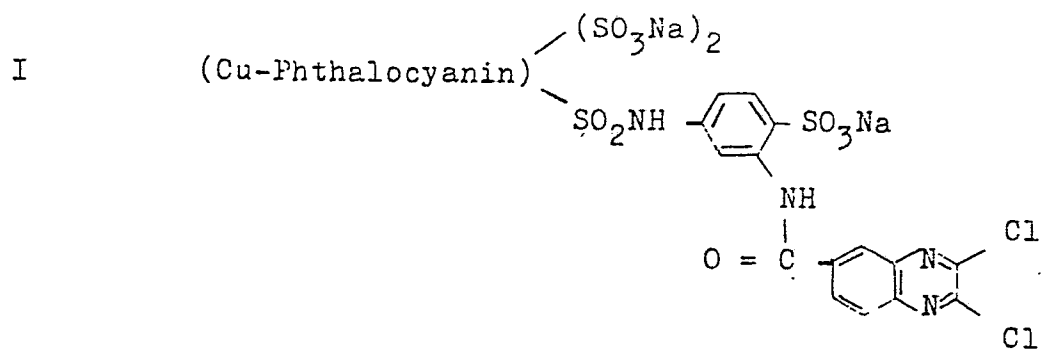
- |    |  |
|----|--|
| 5  | 2000 Teilen Wasser                     |
|    | 2,0 Teilen des Farbstoffs VIII         |
|    | 0,5 Teilen des Farbstoffs IX           |
|    | 0,8 Teilen des Farbstoffs X            |
| 10 | 80 Teilen Natriumsulfat                |
|    | 4 Teilen Natrium-m-nitrobenzolsulfonat |
|    | 6 Teilen Natriumbicarbonat.            |

- Die Flotte wird unter lebhafter Zirkulation in 35 Minuten auf 106°C erwärmt und 40 Minuten bei dieser Temperatur gefärbt. Die ausgezogene Flotte wird abgelassen und wie üblich kalt und warm gespült und kochend geseift.

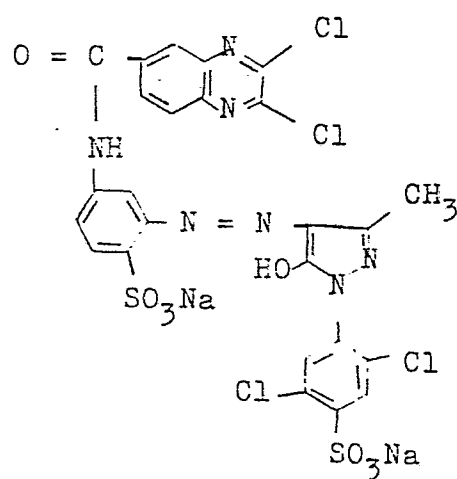
Man erhält eine tiefe egale Rotfärbung auf beiden Faserkomponenten.



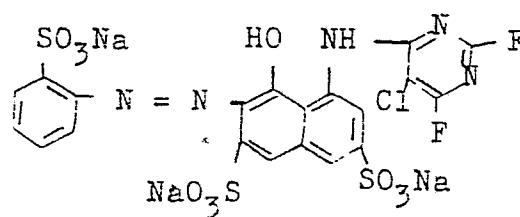
- 8 -



II

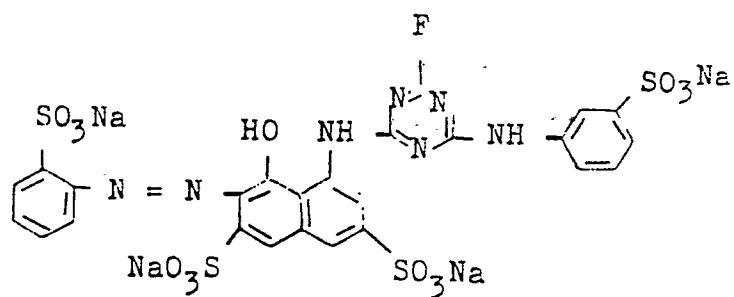


III

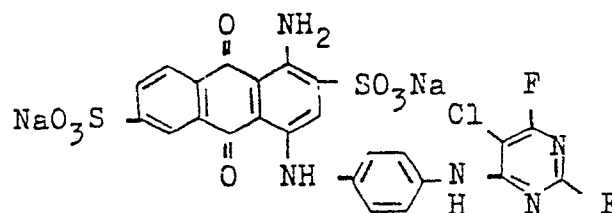


- 9 -

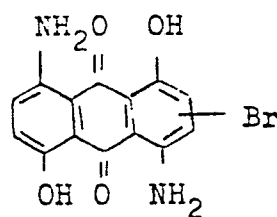
IV



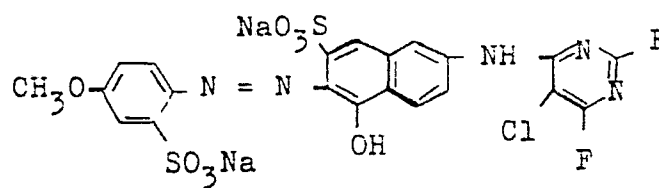
V



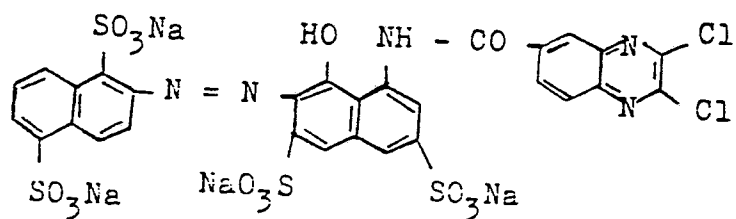
VI



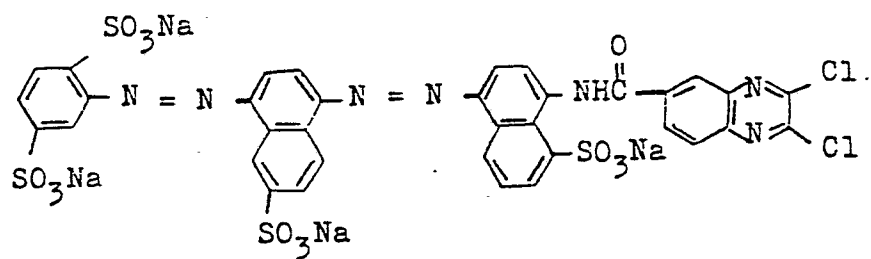
VII



VIII

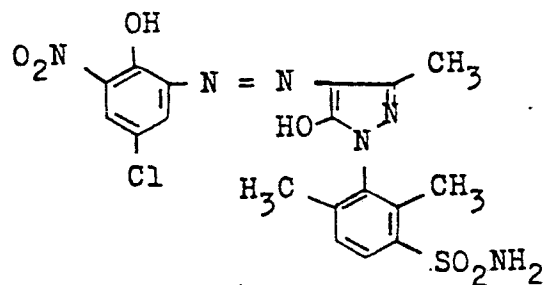


IX



X

1:2-Chromkomplex von



## Patentansprüche

1. Verfahren zum Färben von Cellulosefasern und Cellulosefasern ent-  
haltenden Fasermischungen mit Reaktivfarbstoffen nach dem Ein-  
bad-Ausziehverfahren, dadurch gekennzeichnet, daß man  
5 unter HT-Bedingungen bei pH-Werten von 7 - 8,5 mit  
Farbstoffen färbt, die eine Dihalogentriazinyl-,  
Monofluortriazinyl-, Fluorpyrimidinyl-, oder Dichlor-  
chinoxalinyll-Reaktivgruppe enthalten.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,  
10 daß man bei 100-130°C, insbesondere bei 105-120°C,  
färbt.
3. Verfahren zum Färben von Cellulose-Polyamid-Misch-  
materialien mit Reaktivfarbstoffen nach den Verfahren  
der Ansprüche 1 bis 2.
- 15 4. Verfahren zum Färben von Cellulose-Polyester-Misch-  
materialien mit Reaktivfarbstoffen und Dispersions-  
farbstoffen nach den Verfahren der Ansprüche 1 bis 2.
5. Verfahren zum Färben von Cellulose-Polyamid-Misch-  
materialien mit Reaktivfarbstoffen und sauren Farb-  
20 stoffen und/oder Metallkomplexfarbstoffen nach den  
Verfahren der Ansprüche 1 bis 2.

0017172



Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 80 10 1636

-2-

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl. 3)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
P	<p><u>DE - B - 2 834 997 (HOECHST)</u></p> <p>* Ansprüche 1-4; Spalte 2, Zeile 16 bis Spalte 4, Zeile 22 *</p> <p>----</p>	1-3	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 3)