

①⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

②① Anmeldenummer: **80102818.4**

⑤① Int. Cl.³: **D 06 P 3/66, D 06 P 3/82**

②② Anmeldetag: **21.05.80**

③⑩ Priorität: **01.06.79 DE 2922484**

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

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung: **07.01.81**
Patentblatt 81/1

⑦② Erfinder: **Greiner, Konrad, Dr., Gerstenkamp 14, D-5000 Köln 80 (DE)**
Erfinder: **Hildebrand, Dietrich, Dr., Wingensiefer Kamp 13, D-5068 Odenthal (DE)**

⑧④ Benannte Vertragsstaaten: **BE CH DE FR GB IT LI**

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

⑤⑦ Verfahren zum Färben von Textilien, die aus Cellulosefasern bestehen oder solche enthalten mit Reaktivfarbstoffen mit anionisch abspaltbarer Reaktivgruppe nach dem Ausziehverfahren aus wäßrigen elektrolythaltigen Färbefäbern, dadurch gekennzeichnet, daß man in Gegenwart von Säureakzeptoren insbesondere Puffersubstanzen im sauren Bereich färbt.

EP 0 021 044 A1

0021044

BAYER AKTIENGESSELLSCHAFT
Zentralbereich
Patente, Marken und Lizenzen

5090 Leverkusen, Bayerwerk
My/Bä/W

BEZEICHNUNG GEÄNDERT.
siehe Titelseite

Färbeverfahren

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zum Färben von Textilien, die aus Cellulosefasern bestehen oder solche enthalten, mit Reaktivfarbstoffen mit anionisch abspaltbarer Reaktivgruppe nach dem Ausziehverfahren aus wässrigen elektrolythaltigen Färbebädern, dadurch gekennzeichnet, daß man im sauren Bereich in Gegenwart von Säureakzeptoren, insbesondere Puffersubstanzen bei 90 - 130°C färbt.

Das Verfahren wird insbesondere als Einbad-Einstufen-
10 Verfahren durchgeführt und kann demzufolge beispiels-
weise auf Hochtemperatur-Pack- und -Kreuzspulapparaten,
Jet-Färbemaschinen, Haspelkufen und Jiggern Verwendung
finden.

15 Das Verfahren wird im allgemeinen folgendermaßen durchgeführt:

Das Textilmaterial wird in ein Färbebad eingebracht, das einen pH-Wert von 3,5 - 6,8, vorzugsweise 4,5 - 6,5, aufweist, etwa 5 - 200 g/l eines üblichen Elektrolyten,

- insbesondere Natriumsulfat enthält und 1 - 2 Stunden auf 90 - 130°C , vorzugsweise 110 - 130°C erhitzt, wobei darauf geachtet wird, daß während des gesamten Färbeporganges der oben genannte pH-Bereich eingehalten wird.
- 5 Vorteilhafterweise geht man mit dem Fasermaterial in ein Färbebad ein, das eine Temperatur von mindestens 70°C aufweist.

Die pH-Einstellung kann dabei in verschiedener Weise erfolgen:

- 10 1) Einstellung des gewünschten pH-Wertes beispielsweise mit Säure und Puffersubstanzen in ausreichender Menge um während des gesamten Färbeporganges den gewünschten pH-Bereich einzuhalten. Besonders interessant ist diese Variante für HT-Apparate ohne Dosiereinrichtung im
- 15 HT-Bereich.
- 2) Laufende pH-Korrektur durch Zusatz geeigneter Substanzen, insbesondere Puffersubstanzen während des Färbeporganges.

- Geeignete Puffersubstanzen sind beispielsweise Mono-,
- 20 Di- und Trinatriumphosphat, Natriumbisulfat, Natriumacetat/ Essigsäure und andere, die in der Literatur in großer Zahl beschrieben sind.

Besonders bevorzugt ist folgende Arbeitsweise:

- Das elektrolythaltige Färbebad wird bei 25 - 80°C mit
- 25 Schwefelsäure, Essigsäure, Phosphorsäure oder Natriumbisulfat auf pH-Werte von etwa 4,5 - 5 eingestellt,

das Textilmaterial eingebracht und anschließend 0,1 -
10 g/l Mono-, Di- oder Tri-natriumphosphat, Borax
oder Natriumacetat zugesetzt, bis ein pH-Wert von etwa
6 - 6,5 eingestellt ist. Danach wird Farbstoff zugesetzt
5 und gefärbt.

Bei dem Verfahren mit pH-Korrektur wird das Färbebad
zunächst mit 0,1 - 2 g/l Natriumbisulfat und/oder Mono-
natriumphosphat auf pH 4,5-5 eingestellt und während des
Färbens kontinuierlich Di- bzw. Trinatriumphosphat
10 zugesetzt, um einen pH-Wert von etwa 6-6,5 einzuhalten.

Die Färbebäder enthalten vorzugsweise 30 - 120 g/l
Elektrolyt, insbesondere Natriumsulfat.

Das Verfahren ist von besonderem Interesse für das
einbadig-einstufige Färben von Cellulose-Polyester-
15 bzw. -Polyamid- oder -Polyacrylnitril-Mischungen mit
Mischungen von Reaktiv- und Dispersions- bzw. Säure-
bzw. kationischen Farbstoffen.

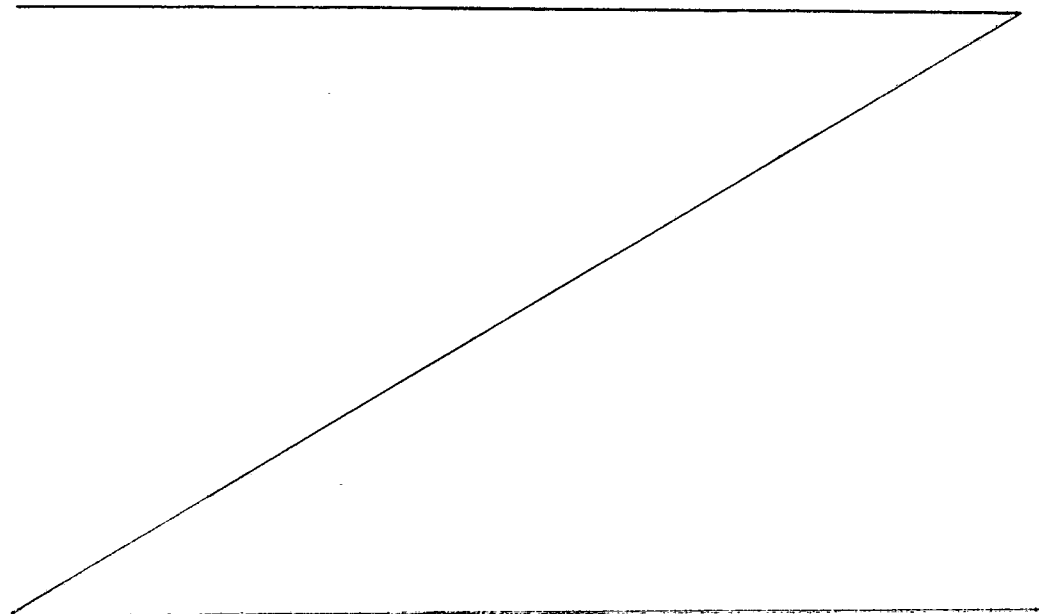
Im Falle der Mischungen von Cellulose und Polyamid
können auch beide Faserarten mit den Reaktiv-
20 farbstoffen Ton-in-Ton gefärbt werden.

Das Verfahren eignet sich im Prinzip für alle Cellulose-
Reaktivfarbstoffe mit anionisch abspaltbarer Reaktiv-
gruppe, die in großer Zahl beschrieben sind. Es ist
ganz besonders geeignet für Farbstoffe mit Dichlortria-
25 zinyl-, Monochlortriazinyl-, Monofluortriazinyl-, Fluor-
pyrimidinyl-, Dichlorchinoxalinyll-, Methylsulfonylpyrimi-
dinyll- und Vinylsulfonyll- bzw. Sulfatoäthylsulfonyll-
Reaktivgruppe.

Gegebenenfalls können den Farbbädern übliche Hilfsmittel, beispielsweise basische Egalisiermittel, wie sie beim Färben von Wolle oder Polyacrylnitril verwendet werden, zugesetzt werden.

- 5 Besonders geeignete Verbindungen sind dabei die in den Belgischen Patentschriften 599 761, 686 619, 644 880, 717 693, den Deutschen Offenlegungsschriften 15 68 258, 14 69 657, 19 53 069, 14 69 737, 24 30 853, 25 17 374, den Deutschen Auslegeschriften 1 258 817, 1 258 821, 10 1 619 530, der Britischen Patentschrift 838 312, der Schweizer Auslegeschrift 12274 und der Österreichischen Patentschrift 206 860 sowie in K. Lindner, Tenside - Textilhilfsmittel, Waschrohstoffe, Band III, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH, Stuttgart, 1971, 15 S. 2785-2787.

Das Verfahren liefert ohne die übliche Alkalifixierung gut durchgefärbte, egale Färbungen.



Beispiel 1

100 Teile eines Rayongarnes in Form eines Spinnkuchens werden in einen HT-Garnfärbeapparat eingefahren, welcher eine 85°C warme Flotte enthält, die aus

- 5 4 Teilen des Farbstoffs I
 120 Teilen Natriumsulfat wasserfrei
 0,15 Teilen Natriumbisulfat und
 1500 Teilen Wasser

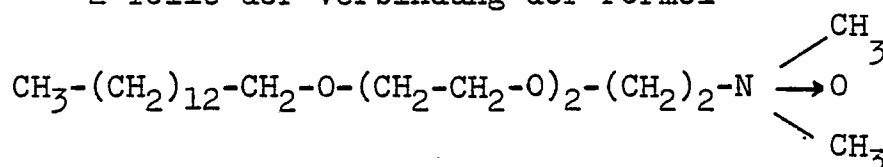
besteht.

- 10 Die Durchströmung der Wickelkörper erfolgt jeweils 8 Minuten von innen nach außen und 8 Minuten von außen nach innen. Der sich einstellende pH-Wert liegt zwischen 4,5 und 5. Anschließend wird die Flotte in 25 Minuten auf 110°C erhitzt und mittels einer Zusatzpumpe während
- 15 2 Stunden die im Ansatzgefäß vorgelöste Menge von 2,25 Teilen Trinatriumphosphat langsam eingepumpt, so daß sich in der Färbeflotte ein pH-Wert von 6,2 - 6,8 einstellt und während des gesamten Färbeprozesses erhalten bleibt.
- 20 Nach der zweistündigen Färbebehandlung bei 110°C wird auf 80°C abgekühlt und die Flotte abgelassen. Nach zweimaligem Spülen mit 80°C warmem Wasser wird aufgefüllt und 15 Minuten nachbehandelt. Man erhält vollkommen
- 25 gleichmäßig durchgefärbte tiefrote Spinnkuchen mit hervorragenden Echtheitseigenschaften. Ähnlich gute Ergebnisse erhält man bei Verwendung der Farbstoffe II - V.

Beispiel 2

100 Teile einer mercerisierten Wirkware werden auf einer HT-Haspelkufe in einer 95° warmen Flotte bewegt, die

- 5 3 Teile des Farbstoffs V
 50 Teile Natriumsulfat
 0,3 Teile Mononatriumdihydrogenphosphat
 2 Teile Natriumhexaphosphat
 5 Teile Dinatriumhydrogenphosphat
 2 Teile der Verbindung der Formel



10 und

1000 Teile Wasser enthält;

der sich einstellende pH-Wert beträgt 6,2.

Die Flotte wird auf 115°C gebracht und zwei Stunden bei dieser Temperatur unter guter Flottenbewegung gefärbt.

- 15 Man erhält nach dem üblichen Spülen und Nachwaschen eine egale rubinrote Färbung mit guten Echtheitseigenschaften.

Verwendet man anstelle des Farbstoffs V gleiche Teile des Farbstoffs VI, so erhält man eine egale Türkisfärbung mit guten Echtheitseigenschaften.

Beispiel 3

100 Teile eines Jerseymaterials, bestehend aus 59 Teilen Polycaprolactam, 13 Teilen Viskose und 28 Teilen Baumwolle, werden auf einem Jetfärbeapparat in einer 90° warmen Flotte bewegt, die

- 5 4 Teile des Farbstoffs VII
- 50 Teile Natriumsulfat
- 2 Teile Natriumhexaphosphat
- 1,5 Teile Essigsäure
- 8 Teile Dinatriumhydrogenphosphat

10 und

1000 Teile Wasser enthält.

Die Flotte wird auf 112° gebracht und zwei Stunden bei dieser Temperatur unter guter Flottenzirkulation gefärbt.

Man erhält nach dem üblichen Seifen und Nachwaschen eine egale
15 Rotfärbung.

Beispiel 4

100 Teile eines Mischmaterials aus 67 Teilen Polyester und 33 Teilen Zellwolle werden auf einer HT-Haspelkufe in einer 90° warmen Flotte bewegt, die

- 20 1,5 Teile des Farbstoffs VIII
- 1 Teil des Farbstoffs IX
- 75 Teile Natriumsulfat
- 0,4 Teile Mononatriumdihydrogenphosphat
- 6 Teile Dinatriummonohydrogenphosphat
- 25 6 Teile dinaphthylmethandisulfonsaures Natrium und
- 1500 Teile Wasser enthält.

Die Flotte wird auf 130° gebracht und 1 Stunde bei dieser Temperatur unter guter Flottenzirkulation gefärbt. Man erhält eine egale Gelbfärbung.

Beispiel 5

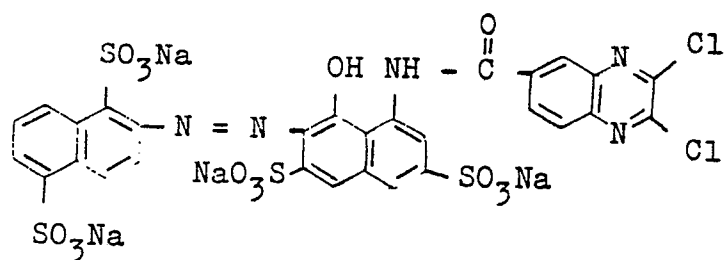
- 5 100 Teile einer im Stück mercerisierten Wirkware bestehend aus
50 Teilen Baumwolle und 50 Teilen Polyester werden auf einem
Baumwoll-HT-Färbeapparat mit einer 60° warmen Flotte versetzt,
die
- 10 3 Teile des Farbstoffs X
 4 Teile des Farbstoffs XI
 80 Teile Natriumsulfat
 2 Teile Natriumhexaphosphat
 6 Teile dinaphthylmethandisulfonsaures Natrium
 1,2 Teile Essigsäure
- 15 8 Teile Dinatriumhydrogenphosphat
und
 1000 Teile Wasser enthält.

Der sich einstellende pH-Wert beträgt 6,2.

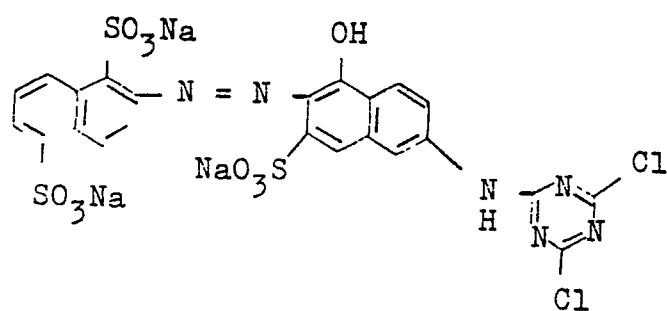
Das Färbebad wird auf 125° gebracht und bei guter Flottenzirkulation
20 zwei Stunden bei dieser Temperatur gehalten.

Nach dem üblichen kochenden Seifen erhält man eine tiefblaue egale Färbung mit guten Echtheitseigenschaften.

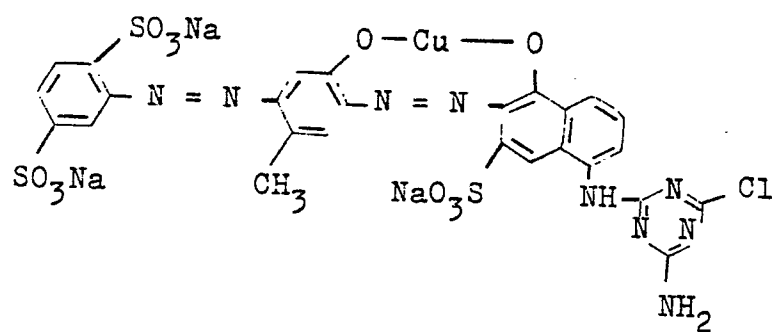
I



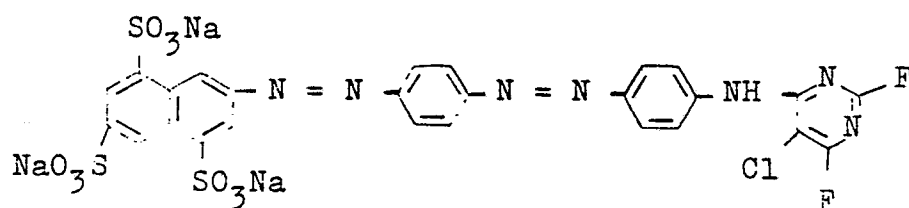
II



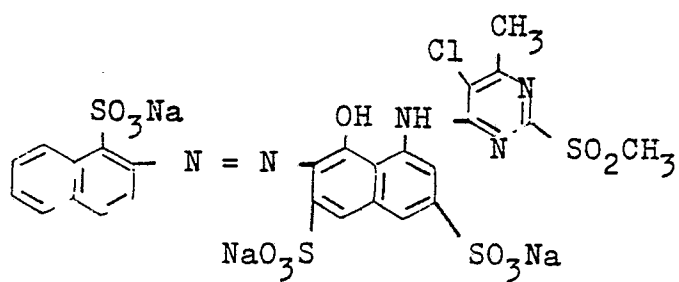
III



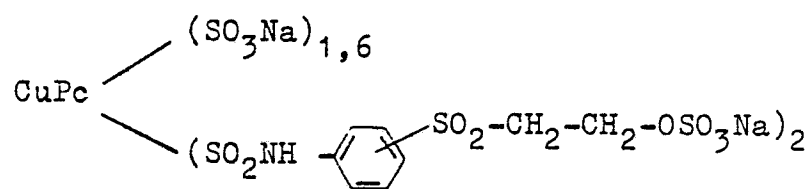
IV



V



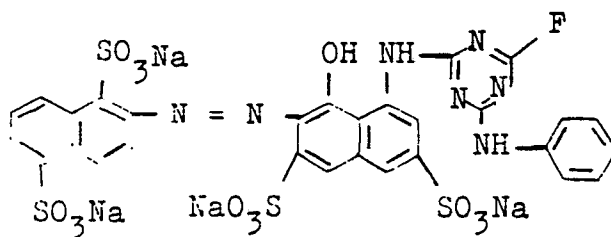
VI



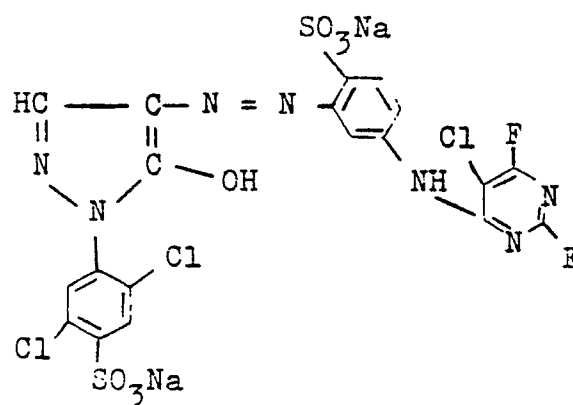
0021044

- 11 -

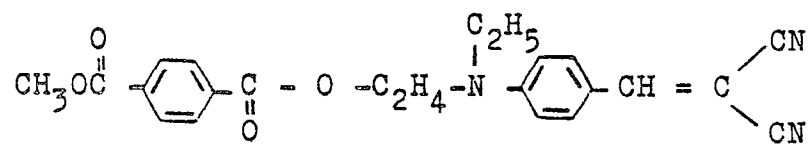
VII



VIII



IX

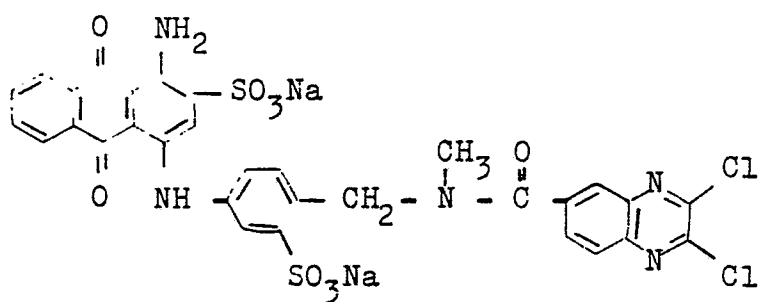


Le A 19716

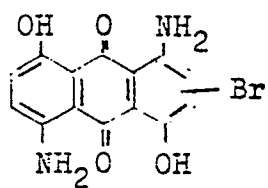
0021044

- 12 -

X



XI



Le A 19 716

Patentansprüche

- 1) Verfahren zum Färben von Textilien, die aus Cellulosefasern bestehen oder solche enthalten mit Reaktivfarbstoffen mit anionisch abspaltbarer Reaktivgruppe
5 nach dem Ausziehverfahren aus wässrigen elektrolythaltigen Färbebädern, dadurch gekennzeichnet, daß man in Gegenwart von Säureakzeptoren insbesondere Puffersubstanzen im sauren Bereich färbt.
- 2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
10 daß man bei 110 - 130°C färbt.
- 3) Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß man bei pH 4,5 - 6,5 färbt.
- 4) Verfahren nach Ansprüchen 1 - 3, dadurch gekennzeichnet, daß man Färbebäder verwendet, die 30 - 200 g/l
15 Elektrolyt enthalten.
- 5) Verfahren nach Ansprüchen 1 - 4, dadurch gekennzeichnet, daß man das Verfahren als Einbad-Einstufen-Verfahren durchführt.
- 6) Verfahren nach Ansprüchen 1 - 5, dadurch gekennzeichnet, daß man Mischungen aus Cellulosefasern
20 mit Polyester und/oder Polyamid und/oder Polyacrylnitril mit Reaktivfarbstoffen und Dispersionsfarbstoffen bzw. Säurefarbstoffen bzw. kationischen Farbstoffen färbt.



EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. ³)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
	<u>FR - A - 1 512 665</u> (HOECHST) * Zusammenfassung; Beispiele 1, 2; Seite 1, rechte Spalte, Absatz 2 bis Seite 2, rechte Spalte, vorletzter Absatz; Seite 3, linke Spalte, Absätze 2,3 *	1-6	D 06 P 3/66 3/82
	--		
	<u>FR - A - 1 507 101</u> (HOECHST) * Zusammenfassung 1,2; Seite 1, linke Spalte, letzter Absatz bis rechte Spalte, ganz; Seite 2, linke Spalte, Absatz 4 bis rechte Spalte, Absatz 2; Beispiele 1,2 *	1-6	
	--		
A	<u>FR - A - 2 112 544</u> (ICI) * Das ganze Dokument *	1,2	
	--		
A	<u>CH - B - 480 494</u> (ICI) * Das ganze Dokument *	1	
	--		
A	<u>FR - A - 1 334 958</u> (CASSELLA) * Zusammenfassung, Punkte 1,2,b; Seite 5, linke Spalte, Absätze 1,2 *	1,2	
	--		
A	<u>DE - C - 966 565</u> (HOECHST) * Beispiele 1,2 *	1	
	--		
	..:/.		
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	29-08-1980	DEKEIREL	



0021044 Nummer der Anmeldung

EP 80 10 2818

-2-

EPA Form 1503.2 08.78