(1) Veröffentlichungsnummer:

0 024 332 A1

- (21) Anmeldenummer: 80104630.1
- (22) Anmeldetag: 06.08.80

(5) Int. Cl.³: **D 06 P 3/852,** D 06 P 3/66, D 06 P 3/10

30 Priorität: 17.08.79 DE 2933343

- Anmelder: BAYER AG, Zentralbereich Patente, Marken und Lizenzen, D-5090 Leverkusen 1, Bayerwerk (DE)
- (3) Veröffentlichungstag der Anmeldung: 04.03.81 Patentblatt 81/9
- (84) Benannte Vertragsstaaten: **DE FR GB IT**
- Erfinder: Greiner, Konrad, Dr., Gerstenkamp 14, D-5000 Köln 80 (DE) Erfinder: Hildebrand, Dietrich, Dr., Wingensiefer Kamp 13, D-5068 Odenthal (DE)
- 54) Färben von Wolle/Cellulosefasermischungen.
- Worfahren zum einbadigen, einstufigen Färben von Wolle und Cellulosefasern enthaltenden Fasermischungen mit Reaktivfarbstoffen nach dem Ausziehverfahren aus elektrolythaltigen Färbebädern dadurch gekennzeichnet, dass man im neutralen bis sauren Medium arbeitet.

EP 0 024 332 A1

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT 5090 Leverkusen, Bayerwerk Zentralbereich

Patente, Marken und Lizenzen My-by-c

Färben von Wolle/Cellulosefasermischungen

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zum einbadigen, einstufigen Färben von Wolle und Cellulosefasern enthaltenden Fasermischungen mit Reaktivfarbstoffen, insbesondere solchen mit anionisch abspaltbarer Reaktivgruppe nach dem Ausziehverfahren aus elektrolythaltigen Färbebädern, dadurch gekennzeichnet, daß man im neutralen bis sauren Medium arbeitet, vorzugsweise bei 90-120°C.

Das Verfahren eignet sich zum Färben von Garn- und Stückware auf Apparaten, Haspelkufen und Jetfärbemaschinen.

Das Verfahren wird im allgemeinen folgendermaßen durchgeführt: Das Textilmaterial wird mit einem Färbebad versetzt, welches einen pH-Wert von 3,5-7 vorzugsweise 4,5-6,9 aufweist, 30-120 g/l eines üblichen Elektrolyten insbesondere Natriumsulfat enthält und 1/2-2 Stunden auf 90-120°C vorzugsweise 100-110°C erhitzt.

Die pH-Einstellung kann dabei in verschiedener Weise erfolgen. Besonders bewährt hat sich folgende Arbeits-weise.

Das in der Regel schwach alkalisch reagierende enthärtete, bicarbonathaltige Betriebswasser wird vor 5 dem Einbringen des Fasermaterials durch Zusatz von verdünnter Schwefelsäure oder Natriumbisulfat auf pH 4,5 - 5,5 eingestellt und auf 70°C erwärmt, um die enthaltende Kohlensäure restlos zu vertreiben, anschließend wird nach dem Einbringen des Fasermaterials 10 mit Hilfe von Dinatriumphosphat der gewünschte pH-Wert von 6,8 eingestellt. Der optimale pH-Bereich kann selbstverständlich auch mit anderen Mitteln eingestellt werden, z.B. Essigsäure, Phosphorsäure oder Natrium- bzw. Kaliumsalzen der Phosphorsäure sowie 15 üblichen Puffern.

Gegebenenfalls können dem Färbebad außer dem Reaktivfarbstoff zum Färben von Wolle üblicherweise verwendete
Säure- und Metallkomplexfarbstoffe sowie Hilfsmittel,
beispielsweise basische Egalisiermittel zugesetzt werden, wie sie beispielsweise in den Deutschen Patentschriften 1 258 817 und 1 619 530, der österreichischen
Patentschrift 206 860 und der Britischen Patentschrift
838 312 beschrieben sind.

Das Verfahren liefert ohne die langwierige übliche Zweibad- bzw. Zweistufenfixierung mit Umstellung des pH-Wertes in den alkalischen Bereich gut durchgefärbte egale Färbungen.

Das Verfahren eignet sich im Prinzip für alle bekannten Reaktivfarbstoffe, besonders jedoch für solche mit Fluorpyrimidinylgruppe, insbesondere Difluorchlorpyrimidinylgruppe, Dichlortriazinylgruppe, Monofluortriazinylgruppe oder Dichlorchinoxalinylgruppe.

Beispiel 1

5

100 Teile eines Mischgarns bestehend aus 50 Teilen Baumwolle und 50 Teilen Wolle werden in einen HT-Garnfärbeapparat eingefahren, welcher eine 70° warme Flotte enthält, die aus

- 4 Teilen des Farbstoffs I
- 80 Teilen Natriumsulfat wasserfrei
- 0,2 Teilen Natriumbisulfat
- 0,5 Teilen Dinatriumphosphat und
- 10 1000 Teilen Wasser besteht und einen pH von 6,8 aufweist. Die Durchströmung der Wickelkörper erfolgt jeweils 6 Minuten von innen nach außen und 6 Minuten von außen nach innen. Das Färbebad wird in 40 Minuten auf 15 110° gebracht und 30 Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Anschließend wird die ausgezogene Flotte abgelassen und kalt und warm gespült, bis das anhaftende Salz vollständig entfernt ist; daraufhin werden dem Bad 2 Teile 25 %ige Ammoniaklösung sowie 20 TeTeil eines handelsüblichen Waschmittels zugesetzt und zur Entfernung des anhaftenden Farbstoffhydrolysates 10 Minuten bei 80°C geseift.

Man erhält eine klare Gelbfärbung mit guten Echtheitseigenschaften.

25 Beispiel 2

100 Teile eines Mischgewirkes bestehend aus 50 Teilen Wolle und 50 Teilen mercerisiertem Baumwollgarn werden

auf einem HT-Baumfärbeapparat mit einer 70° warmen Flotte versetzt, die aus

- 3 Teilen des Farbstoffs II
- 100 Teilen Natriumsulfat wasserfrei
- 5 0,2 Teilen Natriumbisulfat
 - 0,5 Teilen Dinatriumphosphat
 - 1,5 Teilen der Verbindung der Formel

und

10 1000 Teilen Wasser besteht und einen pH von 6,8 aufweist. Das Färbebad wird auf 106° erwärmt und 20
Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Anschließend
wird die Flotte abgelassen und kalt und warm gespült.
Nach der üblichen, in Beispiel 1 beschriebenen Nachbehandlung erhält man eine klare Goldgelbfärbung mit
guten Echtheitseigenschaften.

Beispiel 3

100 Teile eines Mischgewebes bestehend aus 50 Teilen Wolle und 50 Teilen Zellwolle werden auf einer HT20 Haspelkufe mit einer 70° warmen Flotte versetzt, die aus

- 4 Teilen des Farbstoffs III
- 200 Teilen Natriumsulfat wasserfrei
- 0,4 Teilen Natriumsulfat
- 0,8 Teilen Dinatriumphosphat und
- 5 2000 Teilen Wasser besteht und einen pH von 6,3 aufweist. Das Färbebad wird in 40 Minuten auf 110°C erwärmt und

20 Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Anschließend wird die Flotte abgelassen und kalt und warm gespült.

Nach der üblichen, in Beispiel 1 beschriebenen Nachbehandlung erhält man eine tiefe Rubinfärbung mit guten Echtheitseigenschaften.

Beispiel 4

- 100 Teile eines Mischgewebes bestehend aus 50 Teilen
 Wolle und 50 Teilen Zellwolle werden auf einer HT-Jetfärbemaschine mit einer 30° warmen Flotte versetzt,
 die aus
 - 3 Teilen des Farbstoffs IV
 - 80 Teilen Natriumsulfat wasserfrei
- 20 0,4 Teilen Natriumbisulfat
 - 0,8 Teilen Dinatriumphosphat
 - 2 Teilen eines Netzmittels bestehend aus dem Polykondensationsprodukt von 17 Molen Ethylenoxid und 1 Mol Cetylalkohol
- 25 1 Teil Cetyl-trimethyl-ammoniumbromid und 2000 Teilen Wasser besteht und einen pH von 6,3 aufweist.

Die Flotte wird auf 100° gebracht und 60 Minuten bei dieser Temperatur gehalten, anschließend wird die Flotte abgelassen und kalt und warm gespült. Nach der üblichen, in Beispiel 1 beschriebenen Nachbehandlung erhält man eine tiefe Rotfärbung mit guten Echtheitseigenschaften.

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

10 Beispiel 5

5

100 Teile eines Mischgewebes bestehend aus 33 Teilen Wolle und 67 Teilen Zellwolle werden auf einem Baumfärbeapparat mit einer 70° warmen Flotte versetzt, die aus

- 15 3 Teilen des Farbstoffs III
 - 1 Teil des Farbstoffs VI
 - 100 Teilen Natriumsulfat wasserfrei
 - 0,4 Teilen Mononatriumphosphat
 - 0,2 Teilen Dinatriumphosphat und
- 20 1200 Teilen Wasser besteht.

Die Flotte wird auf 100° gebracht und 30 Minuten bei dieser Temperatur gehalten, anschließend wird die Flotte abgelassen und kalt und warm gespült. Nach der üblichen, in Beispiel 1 beschriebenen Nachbe-

handlung erhält man eine tiefe Rubinfärbung mit guten Echtheitseigenschaften.

Beispiel 6

5

100 Teile einer Kettstuhlwirkware bestehend aus 50 Teilen eines chlorierten Wollgarns und 50 Teilen eines mercerisierten Baumwollgarns werden auf einer HT-Haspelkufe mit einer 70° warmen Flotte versetzt, die aus

- 1,2 Teilen des Farbstoffs I
- 0,8 Teilen des Farbstoffs VII
- 100 Teilen Natriumsulfat wasserfrei
- 0,4 Teilen Mononatriumphosphat
- 10 0,2 Teilen Dinatriumphosphat und
 - 1500 Teilen Wasser besteht.

Die Flotte wird auf 105° gebracht und 60 Minuten bei dieser Temperatur gehalten, anschließend wird die Flotte abgelassen und kalt und warm gespült. Nach

der üblichen, in Beispiel 1 beschriebenen Nachbehandlung erhält man eine klare gleichmäßige Grünfärbung mit guten Echtheitseigenschaften.

- 9 -

I

II

COOH
$$N = N \longrightarrow NH - C$$

$$NH - C$$

III

- 10 -

IV

- 11 -

VI

Chromkomplex von

$$O_2N \xrightarrow{CH_3} N = N \xrightarrow{HO} CH_3$$

$$OH CH_3 \xrightarrow{CH_3} CH_3$$

$$SO_2NH_2$$

VII

Patentansprüche

- 1. Verfahren zum einbadigen, einstufigen Färben von Wolle und Cellulosefasern enthaltenden Fasermischungen mit Reaktivfarbstoffen nach dem Ausziehverfahren aus elektrolythaltigen Färbebädern, dadurch gekennzeichnet, daß man im neutralen bis sauren Medium färbt.
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man bei einem pH von 4,5-6,9 färbt.
- 10 3. Verfahren nach Ansprüchen 1 2, dadurch gekennzeichnet, daß man bei 90-120°C färbt.
 - 4. Verfahren nach Ansprüchen 1 3, dadurch gekennzeichnet, daß man in Gegenwart von 50 bis 120 g/l
 Natriumsulfat färbt.
 - 5. Verfahren nach Ansprüchen 1 4, dadurch gekennzeichnet, daß man in Gegenwart von Puffersystemen
 färbt, die einen pH-Wert von 3,5 7, vorzugsweise 4,5 6,9, aufrechterhalten.
 - 6. Verfahren nach Ansprüchen 1 5 , dadurch gekennzeichnet, daß man in Gegenwart von Dinatriumphosphat oder Gemischen aus Dinatriumphosphat und
 Mononatriumphosphat bzw. Natriumbisulfat färbt.

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE				KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. ')
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments maßgeblichen Teile	mit Angabe, soweit erforderlich, der	betrifft Anspruch	
	DE - B - 2 417 * Ansprüche 1 Zeilen 13-2 3-13; Beisp	,2; Spalte 4, 23; Spalte 5, Zeiler	1,2,5, 6	D 06 P 3/852 3/66 3/10
D	DE - A - 1 619 * Ganz und in 6, Absatz 1	sbesondere Seite	1-4	
A	FR - A - 2 123 * Das ganze D		1-3	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.3) D 06 P 3/852 3/66 3/10
DA	GB - A - 838 31 * Das ganze I		1-6	3/14 1/38
A	GB - A - 875 16 * Das ganze I		1	
P	DE - B - 2 834 * Das ganze I		1-3	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 angeführter Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument &: Mitglied der gleichen Patent-
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			familie, übereinstimmende Dokument	
Recherche	enort / Den Haag	Abschlußdatum der Recherche 31-10-1980	Prüfer	EKEIREL