

 EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

 Anmeldenummer: **81105283.6**

 Int. Cl.³: **D 06 P 3/36**
D 06 P 3/26, D 06 P 1/62
D 06 P 1/00

 Anmeldetag: **08.07.81**

 Priorität: **11.07.80 DE 3026292**

 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
20.01.82 Patentblatt 82/3

 Benannte Vertragsstaaten:
CH DE FR GB IT LI

 Anmelder: **HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT**
Postfach 80 03 20
D-6230 Frankfurt/Main 80(DE)

 Erfinder: **Schickfluss, Rudolf, Dr.**
Luisenstrasse 37
D-6233 Kelkheim (Taunus)(DE)

 Erfinder: **Uhrig, Heinz**
Feldbergstrasse 59
D-6374 Steinbach/Taunus(DE)

 Erfinder: **Löwenfeld, Rudolf, Dr.**
Quellenweg 2
D-6072 Dreieich(DE)

 Erfinder: **Kosubek, Uwe**
Am Vogelanger 28
D-6087 Büttelborn(DE)

 **Verfahren zum Färben von synthetischen Fasermaterialien.**

 Verfahren zum Färben von synthetischen Fasermaterialien aus aromatischen Polyestern, Cellulose-2½-acetat, Cellulose triacetat oder Polyamiden, dadurch gekennzeichnet, daß man in ein wäßriges Färbebad, das ein Salz eines sulfonsäuregruppenfreien dispersen Azo-, Nitro, Methin-, Azomethin-, Triphenylmethan-, Styryl-, Naphthostyryl-, Isoindolin-, Indophenol-, Chinophthalon-, Naphtholon-, Naphthazarin-, Oxazin-, Cumarin-, Naphthochinon- oder Naphthochinonimin-Farbstoffs mit mindestens einer Carbonsäure-, Sulfamoylaryl-, aromatisch gebundener Hydroxyl- oder tautomerer Keto-Enol-Gruppe oder ein Salz eines sulfonsäuregruppenfreien dispersen Farbstoffs mit drei oder mehr kondensierten Ringen und mindestens einer Carbonsäure-, Sulfamoylaryl-, aromatisch gebundener Hydroxyl- oder tautomerer Keto-Enol-Gruppe enthält, die in alkalischem Medium zur Bildung eines Salzes fähig ist, ein Fasermaterial der genannten Art und eine Dispergiermittelsäure zur Herabsetzung des pH-Wertes des Färbebades auf unter 7 einbringt, das Färbebad erhitzt und abschließend das gefärbte Fasermaterial in einer wäßrigen Lösung eines alkalischen Mittels spült.

Verfahren zum Färben von synthetischen Fasermaterialien

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Färben von synthetischen Fasermaterialien, wie aromatische Polyester-, Cellulose-¹/₂-triacetat-, Cellulose-¹/₂-acetat- oder Polyamidfasermaterialien, insbesondere Polyäthylen-
5 terephthalatfasermaterialien.

Bei den derzeit angewandten Verfahren zum Färben von synthetischen Fasermaterialien wie solchen aus aromatischen Polyesterfasern mit Dispersionsfarbstoffen wird
10 eine wäßrige Dispersion eines oder mehrerer Dispersionsfarbstoffe bei Temperaturen von 60 bis 140°C angewendet. Um sicherzustellen, daß die wäßrige Dispersion des Farbstoffes unter den Färbebedingungen stabil ist und eine Färbung mit zufriedenstellender Ausbeute und Egali-
15 sierung ergibt, ist es wichtig, daß der Farbstoff in einer geeigneten physikalischen Form verwendet wird. Diese wird durch nasses Mahlen des Farbstoffs in Gegenwart eines oder mehrerer Dispergiermittel erreicht.

20 Die Herstellung von solchen formierten Farbstoffpräparaten ist jedoch kostspielig, besonders wegen des Zeitaufwandes, der zum Mahlen erforderlich ist. Die Kosten sind dann besonders hoch, wenn spezielle Formen der Präparate hergestellt werden, wie beispielsweise redis-
25 pergierbare granulare Formen, welche entwickelt werden, um die Gefahren des Staubens bei Pulverformen zu vermeiden.

Es wurde nun gefunden, daß man beim Färben von synthetischen Fasermaterialien die vorstehend genannten Nachteile
30 dadurch vermeiden kann, daß man Farbstoffe verwendet, die zwar in Wasser unlöslich oder nur schwach löslich sind, in wäßrig-alkalischen Lösungen aber löslich sind.

Die vorliegende Erfindung betrifft somit ein verbessertes Verfahren zum Färben von synthetischen Fasermaterialien, wie aromatische Polyester-, Cellulose-2 $\frac{1}{2}$ -acetat-, Cellulose-triacetat- oder Polyamidfasermaterialien, insbesondere Polyäthylenterephthalatfasermaterialien, dadurch gekennzeichnet, daß man in ein wäßriges Färbebad, das ein Salz eines sulfonsäuregruppenfreien dispersen Azo-, Nitro-, Methin-, Azomethin-, Triphenylmethan-, Styryl-, Naphthostyryl-, Isoindolin-, Indophenol-, Chinophthalon-, Naphtholon-, Naphthazarin-, Oxazin-, Cumarin-, Naphthochinon- oder Naphthochinonimin-Farbstoffs mit mindestens einer Carbonsäure-, Sulfamoylaryl-, aromatisch gebundener Hydroxyl- oder tautomerer Keto-Enol-Gruppe oder ein Salz eines sulfonsäuregruppenfreien dispersen Farbstoffs mit drei oder mehr kondensierten Ringen und mindestens einer Carbonsäure-, Sulfamoylaryl-, aromatisch gebundener Hydroxyl- oder tautomerer Keto-Enol-Gruppe enthält, die in alkalischem Medium zur Bildung eines Salzes fähig ist, ein Fasermaterial der genannten Art und eine Dispergiermittelsäure zur Herabsetzung des pH-Wertes des Färbebades auf unter 7 einbringt, das Färbebad erhitzt und abschließend das gefärbte Fasermaterial in einer wäßrigen Lösung eines alkalischen Mittels spült.

Bei der Herabsetzung des pH-Wertes des Färbebades unter 7 wird zweckmäßigerweise ein pH-Wert zwischen 2,5 und 6,5, vorzugsweise zwischen 4,5 und 6,5 eingestellt. Im Zuge der Durchführung des Färbeverfahrens kann das Fasermaterial dem wäßrigen Färbebad zugegeben werden, welches das Salz des Farbstoffs enthält, worauf sich der Zusatz der Dispergiermittelsäure anschließt. Die genannte Säure kann aber dem Färbebad auch vor oder gleichzeitig mit dem Fasermaterial zugesetzt werden. Die genannte Säure kann entweder dem kalten Färbebad oder dem Färbebad, das gerade auf die Färbetemperatur erhitzt wird, zugegeben werden.



Das wäßrige Färbebad, welches das Salz des Farbstoffs enthält, kann dadurch zubereitet werden, daß man den Farbstoff in einer wäßrigen Lösung eines alkalischen Mittels auflöst. Das Färben des Fasermaterials wird dann
5 bei den Temperaturen ausgeführt, die üblicherweise beim Färben der genannten Fasermaterialien angewendet werden, d.h. im Temperaturbereich zwischen 90 und 140°C.

Wird das Färben bei Temperaturen zwischen 90 und 100°C durchgeführt, so muß das Färbebad zusätzlich einen oder
10 mehrere Träger (Carrier) enthalten, die üblicherweise beim Färben derartiger Fasermaterialien eingesetzt werden, wie beispielsweise Methylnaphthalin, Hydroxydiphenyl, Diphenyl, Tetralin, chlorierte Kohlenwasserstoffe, wie z.B. Dichlorbenzol, aromatische Säuren und deren Ester,
15 wie z.B. Benzoesäure, Salicylsäure, Butylbenzoat und Methylsalicylat, sowie gegebenenfalls substituierte Phenoxyalkohole, wie z.B. β -Phenoxy-äthanol.

Das Färben bei Temperaturen über 100°C wird in Druckbe-
20 hältern durchgeführt, wobei in der Regel kein Carrier zugesetzt wird.

Das gefärbte Fasermaterial wird anschließend in einem wäßrigen Bad bei einem pH oberhalb 7 behandelt, um den
25 gesamten unfixierten Farbstoff von der Oberfläche des gefärbten Fasermaterials zu entfernen. Die obere Grenze des hierbei eingestellten pH-Wertes hat natürlich eine eventuelle Schädigung von Faser und Färbung zu berücksichtigen, so daß es in der Regel zweckmäßig ist, den
30 pH-Wert nicht höher als etwa 11 einzustellen.

Aromatische Polyesterfasermaterialien, die mit herkömmlichen Dispersionsfarbstoffen gefärbt worden sind, müssen bekanntlich einer Nachbehandlung unterworfen
35 werden, um unfixierten Farbstoff zu entfernen. Bei dieser Nachbehandlung gelangt eine alkalische Lösung eines Reduktionsmittels zur Anwendung. Demgegenüber ist bei den

erfindungsgemäß zur Anwendung gelangenden Farbstoffen die Verwendung von Reduktionsmitteln nicht erforderlich.

- Die Nachbehandlung gemäß dem Verfahren der vorliegenden
- 5 Erfindung kann gesondert im Anschluß an das Färbeverfahren durchgeführt werden, indem man das gefärbte Fasermaterial dem Färbebad entnimmt und dann in einem wäßrigen alkalischen Bad, vorzugsweise bei einer Temperatur zwischen 50 und 100°C, behandelt. Im Anschluß
- 10 daran wird das Fasermaterial gespült und getrocknet. Die alkalische Nachbehandlung kann aber auch in das Färbeverfahren einverleibt werden, indem man nach Beendigung der Färbung den pH-Wert des Färbebades durch Zusatz eines alkalischen Mittels auf über 7 anhebt, wobei es
- 15 wie weiter oben schon erwähnt, in der Regel zweckmäßig ist, den pH-Wert 11 nicht zu übersteigen und das Bad eine ausreichende Zeit unter dem Siedepunkt, vorzugsweise unter 60°C hält, um den gesamten unfixierten Farbstoff von der Oberfläche des Fasermaterials zu entfernen.
- 20 Das gefärbte Fasermaterial wird anschließend in Wasser gespült und getrocknet.

Beispiele für alkalische Mittel, die entweder einzeln oder in Form von Gemischen zur Herstellung der alkalischen

25 Salze der Farbstoffe verwendet werden können oder die anschließend bei der Nachbehandlung zur Entfernung von unfixiertem Farbstoff von der Oberfläche des Fasermaterials verwendet werden können, sind Metallhydroxide, wie z.B. Natrium- und Kaliumhydroxid, Alkalimetall-

30 carbonate, wie z.B. Natrium- und Kaliumcarbonat, alkalische Salze von anorganischen Säuren, wie z.B. Natriumborat, Natriumsilikat und Trinatriumphosphat, Ammoniak, organische Amine, wie z.B. Diäthylamin und Triäthylamin, quaternäre Ammoniumhydroxide und heterocyclische Basen.

35

Als Säuren werden Dispergiermittelsäuren, die entweder einzeln oder in Form von Gemischen verwendet werden können, um den pH des alkalischen Färbebades abzusenken,

eingesetzt.

Als Dispergiermittelsäuren seien Reaktionsprodukte aus Formaldehyd und aromatischen Sulfonsäuren genannt, wie z.B. Reaktionsprodukte aus Terphenylsulfonsäure und Formaldehyd; Diphenylsulfonsäure und Formaldehyd; Diphenyläthersulfonsäure und Formaldehyd; Ditolyläthersulfonsäure und Formaldehyd; Naphthalinsulfonsäure und Formaldehyd; Alkyl-naphthalinsulfonsäure und Formaldehyd; 1-Benzyl-naphthalinsulfonsäure und Formaldehyd; 1-Benzoylnaphthalinsulfonsäure und Formaldehyd, sowie Ligninsulfonsäuren.

Ein weiterer Zusatz von nicht-ionischen Dispergiermitteln ist im Prinzip nicht nötig, kann jedoch in bestimmten Fällen vorgenommen werden. Nicht-ionische Dispergiermittel, die für diesen Zweck eingesetzt werden können, sind z.B. Kondensate von Äthylenoxid mit Alkoholen, Aminen, Amiden oder Phenolen.

Bräuchbare anionische Dispergiermittel sind z.B. wasserlösliche Amin- oder Alkalimetallsalze von Schwefelsäureestern von Fettalkoholen, Schwefelsäure-ester von Äthylenoxidkondensaten, Alkylsulfonate, Arylalkylsulfonate oder Alkylsulfobernsteinsäureester.

Synthetische Fasermaterialien, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren gefärbt werden können, sind beispielsweise solche aus

Cellulose-2 1/2-acetat	(70-85°C);
Polyamiden	(80-100°C);
Cellulose-triacetat und ins-	(90-140°C).

besondere aromatischen Polyestern

(Die in Klammern angegebenen Temperaturbereiche sind diejenigen, bei denen die Farbstoffe auf die jeweiligen Fasermaterialien aufziehen).

Die erfindungsgemäß zu färbenden Fasermaterialien

können in Form von Fasern, Fäden, Folien, Web- oder Strickwaren vorliegen. Sie stellen bevorzugt Fasermaterialien aus Polyäthylenterephthalat dar. Gegebenenfalls kann das zu färbende Polyesterfasermaterial mit
5 Naturfasern, wie z.B. Wolle oder Cellulosefasern, gemischt sein.

Im Falle des Färbens eines Gemisches aus einer der genannten vollsynthetischen Fasern, beispielsweise
10 aromatischen Polyesterfasern mit natürlichen Fasern können die letzteren unter Anwendung der Farbstoffe und Bedingungen gefärbt werden, die üblicherweise hierfür zur Anwendung gelangen, beispielsweise mit Küpenfarbstoffen. Das natürliche Fasermaterial kann vor
15 oder nach dem Färben des vollsynthetischen Faseranteils, beispielsweise des aromatischen Polyesterfaseranteils, gefärbt werden. Es kann auch zweckmäßig sein, das vollsynthetische Fasermaterial, z.B. das aromatische Polyesterfasermaterial, und das natürliche Fasermaterial
20 gleichzeitig zu färben.

Die erfindungsgemäß zur Anwendung gelangenden Farbstoffe können, wie ersichtlich, den verschiedensten Klassen angehören, wobei Azo-, Anthrachinon-, Nitro-, Methin-, Azomethin-, Triphenylmethan-, Styryl-, Naphthostyryl-,
25 Isoindolin-, Indophenol-, Chinophthalon-, Naphtholon-, Naphthazarin-, Oxazin-, Cumarin-, Naphthochinon- oder Naphthochinonimin-Farbstoffe bevorzugt eingesetzt werden.

30 Für das erfindungsgemäße Verfahren geeignete Farbstoffe sind beispielsweise in folgenden Literaturstellen beschrieben:

In den Deutschen Offenlegungsschriften (DE-OS) 2 317 946, 2 317 947, 2 338 816 und 2 139 449, in den Deutschen Patentschriften 1 266 272 und 1 469 732 sowie in den Britischen Patentschriften 489 698, 901 621 und 963 816).

35

Beispiele für erfindungsgemäß zur Anwendung gelangende

Farbstoffe, die mindestens drei kondensierte Ringe enthalten, sind Anthrachinon-, Perinon-, Phthaloperinon-, Benzthioxanthen-, Acridon-, Benzanthron-, Anthrapyrimidon-, Pyrazolanthron-, Isoxazolanthron-, Isothiazolanthron-

5 und Phthaloylacridon-Dispersionsfarbstoffe, die im alkalischen Medium auf Grund der Anwesenheit einer Arylhydroxy-, Carbonsäure- oder Arylsulfamoyl-Gruppe Alkalisalze bilden.

Die erfindungsgemäß zur Anwendung gelangenden Farbstoffe
10 können durch übliche Verfahren hergestellt werden, wobei von den entsprechenden Zwischenprodukten ausgegangen wird.

Carboxygruppen enthaltende Anthrachinon-Dispersionsfarbstoffe und damit verwandte, Carboxygruppen enthaltende
15 Dispersionsfarbstoffe, die mindestens drei kondensierte Ringe enthalten und die beim erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzt werden können, sind in der holländischen Patentanmeldung 7 009 377 beschrieben.

20 Weiterhin sind auch analoge Farbstoffe, bei denen die Carboxygruppe oder Carboxygruppen durch ein oder mehrere Hydroxy- oder Sulfamoyl-Reste ersetzt sind, für das erfindungsgemäße Verfahren geeignet, vorausgesetzt, daß sie auf Grund der erwähnten Gruppen zur Bildung von
25 Alkalisalzen befähigt sind.

Da die erfindungsgemäß zur Anwendung gelangenden Farbstoffe unter wäßrigen alkalischen Bedingungen löslich sind, können alle Farbstoffteilchen, die an der Faser-
30 oberfläche oder an der Färbemaschine hängen, ohne Schwierigkeit abgewaschen werden. Ein solcher Vorgang ist billiger, rascher und wirksamer als die reduzierende Reinigung, die üblicherweise beim Färben mit herkömmlichen Dispersionsfarbstoffen anzuwenden ist.

35

Die mit dem erfindungsgemäßen Färbeverfahren gegebene Vermeidung einer Reduktionsreinigung auch bei sehr starken Farbtontiefen des aufgetragenen Farbstoffs hat

den Vorteil, daß Waschflüssigkeiten, die keine alkalischen Reduktionsmittel und damit keine reduzierten Farbstoffbruchstücke enthalten, welche einen hohen biologischen Sauerstoffbedarf aufweisen, anfallen.

5

Außerdem ist bei der Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahren eine Korrektur fehlerhafter Färbungen leichter als bei der Anwendung herkömmlicher disperser Farbstoffe, weil eine gewisse Menge Farbstoff vom gefärbten Faser-

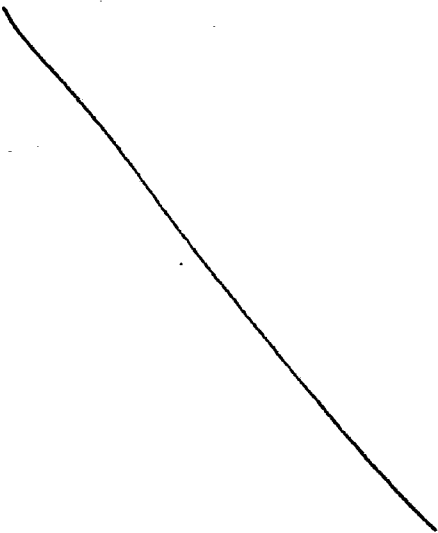
10 material durch eine wäßrig-alkalische Behandlung angemessener Intensität entfernt werden kann.

Durch das erfindungsgemäße Verfahren können einwandfrei egale, vollständig durchgefärbte Färbungen mit Farbtönen erhalten werden, die von Gelb bis Grünlichblau

15 reichen. Ferner weisen die erhaltenen Färbungen vorzügliche Echtheitseigenschaften gegenüber den Tests auf, die üblicherweise bei synthetischen, insbesondere aromatischen Polyesterfasermaterialien angewendet werden. So besitzen die Färbungen insbesondere eine hohe

20 Echtheit gegenüber Licht, Naßbehandlungen und trockenen Wärmebehandlungen auf.

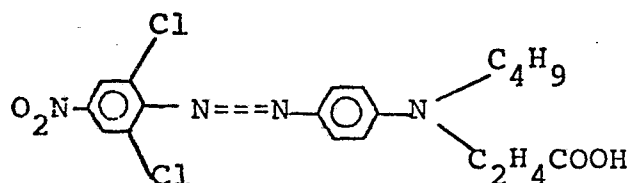
Das erfindungsgemäße Verfahren sei an Hand der folgenden Beispiele näher erläutert, wobei "Teile" Gewichtsteile bedeuten.



Beispiel 1

1 Teil des Farbstoffs der Formel

5



10 wird in einem Färbebad von 500 Teilen Wasser, welches
50 Teile 0,1 n Natronlauge enthält, unter gelindem
Erwärmen gelöst. Dazu gibt man 14 Teile einer Dispergier-
mittelsäure-Lösung, die aus 10 Teilen Alkylnaphthalin-
sulfonsäure-Formaldehydkondensat 71 %ig und 90 Teilen
15 Wasser hergestellt wird, und 50 Teile eines Gewebes
aus Polyäthylenterephthalat.

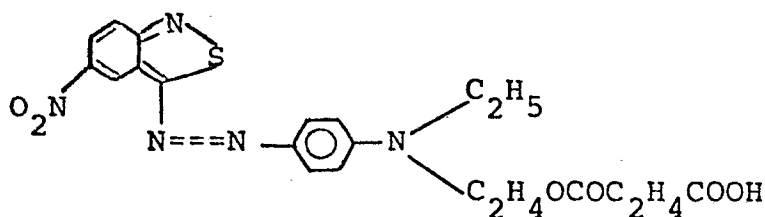
Nun wird die Färbeflotte in einem Färbeapparat unter
ausreichender Bewegung des zu färbenden Materials oder/und
genügend großer Flottenzirkulation auf 130°C aufgeheizt
20 und das Fasermaterial 50 Minuten bei dieser Temperatur
gefärbt. Nach dem Färben wird bei ca. 60°C gewaschen
und getrocknet, wobei der Waschflotte geringe Mengen
Soda (ca. 2 g/l) zugesetzt werden können.

Man erhält eine braune Färbung, die sich durch gute
25 Allgemeinechtheiten und besonders auch durch gute Egali-
tät und Durchfärbung auszeichnet.

Beispiel 2

30 1 Teil des Farbstoffs der Formel

35



wird in einem Färbebad von 500 Teilen Wasser, welches
50 Teile 0,1 n Kalilauge enthält, unter gelindem Er-
wärmen gelöst. Durch Zugabe von 32 Teilen einer Dis-
pergiermittelsäure-Lösung, die aus 10 Teilen Lignin-
5 sulfonsäure und 90 Teilen Wasser hergestellt wird, stellt
man den pH-Wert der Färbeflotte auf 6 und gibt 25
Teile eines Gewebes aus Polyäthylenterephthalat hinzu.

Nun wird die Flotte unter ausreichender Bewegung des zu
10 färbenden Materials und genügend großer Flottenzirkulation
auf 130°C erwärmt und das Fasermaterial 90 Minuten bei
dieser Temperatur gefärbt. Nach beendeter Färbung wird
bei ca. 60°C gewaschen und getrocknet, wobei der Wasch-
flotte geringe Mengen Soda (ca. 1 g/l) zugesetzt werden
15 können.

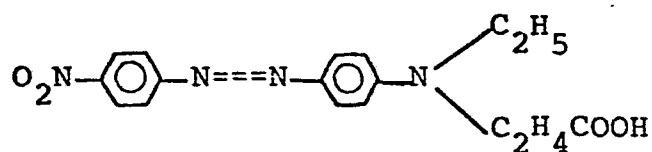
Man erhält eine klare, blaue Färbung, die gute Allgemein-
echtheiten aufweist und sich besonders durch sehr gute
Egalität und Durchfärbung auszeichnet.

20

Beispiel 3

0,5 Teile des Farbstoffs der Formel

25



werden in einem Bade von 500 Teilen Wasser, welches
30 25 Teile 0,1 n Natronlauge enthält, unter gelinder
Erwärmung gelöst. Durch Zugabe von 12,5 Teilen einer
Dispergiermittelsäure-Lösung, die aus 10 Teilen Diphenyl-
äthersulfonsäure-Formaldehydkondensat und 90 Teilen
Wasser hergestellt wird, stellt man den pH-Wert der
35 Färbeflotte auf 6 und gibt 25 Teile eines Gewebes aus
Cellulose-2 1/2-acetat hinzu. Unter ausreichender
Bewegung des Gewebes und genügend großer Flottenzirku-

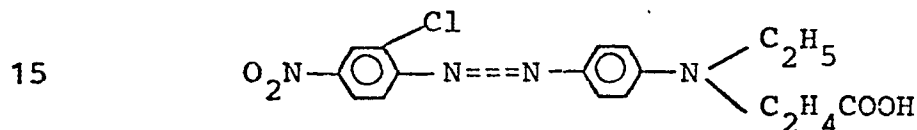
lation wird das Färbebad auf 85°C aufgeheizt und 1 Stunde bei dieser Temperatur gefärbt. Danach wird gespült und getrocknet.

Bei tiefen Tönen kann zwischen den Spülbädern eine

- 5 Behandlung mit 1 Teil Soda und 500 Teilen Wasser bei ca. 60°C erfolgen, um unfixierten Farbstoff von der Waren-
oberfläche abzulösen. Man erhält eine orange Färbung
mit guten Gebrauchsechtheiten und guter Durchfärbung.

10 Beispiel 4

0,6 Teile des Farbstoffs der Formel



werden in einem Färbebad von 500 Teilen Wasser, welches
30 Teile einer 0,1 n Sodalösung enthält, unter gelindem
20 Erwärmen gelöst.

Nach Zugabe von 8,4 Teilen Dispergiermittelsäure-
Lösung, die aus 10 Teilen Alkylnaphthalinsulfonsäure-
Formaldehyd-Mischkondensat und 90 Teilen Wasser herge-
stellt wird, werden in die Flotte 50 Teile eines

- 25 Gewebes aus Cellulose- Triacetat eingebracht. Anschließend
wird die Flotte in einem Färbeapparat unter ausreichender
Bewegung des zu färbenden Materials und guter Flotten-
zirkulation auf 100°C erwärmt und das Fasermaterial
1 Stunde bei dieser Temperatur gefärbt. Schließlich
30 wird gespült und getrocknet.

Bei dunklen Tönen kann auch eine Behandlung mit 1 Teil
Soda und 500 Teilen Wasser bei 70-80°C erfolgen, um
unfixierten Farbstoff von der Wasseroberfläche abzulösen.

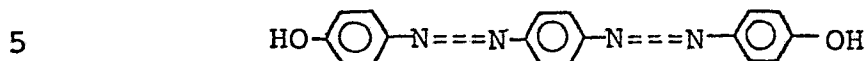
35

Man erhält eine egale rote Färbung mit guten Gebrauchs-
echtheiten.



Beispiel 5

0,5 Teile des Farbstoffs der Formel



werden im Färbebad von 500 Teilen Wasser, welches 25 Teile 0,1 n Natronlauge enthält, gelöst.

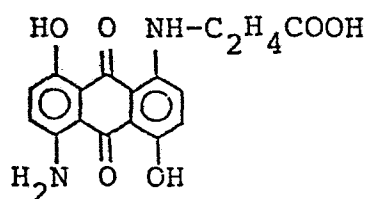
Nach Zugabe von 8 Teilen Dispergiermittelsäure-Lösung,
 10 die aus 10 Teilen Alkylnaphthalinsulfonsäure-Formaldehydkondensat 71 %ig und 90 Teilen Wasser hergestellt wird, werden 50 g eines Gewebes aus Polyamid eingebracht. Dann wird die Flotte langsam bei guter Flottenzirkulation auf 100°C erwärmt und das Fasermaterial während 40 Minuten
 15 bei dieser Temperatur gefärbt. Anschließend wird gespült und getrocknet.

Man erhält eine klare, goldgelbe Färbung, die sich bei guten Gebrauchsechtheiten besonders durch eine sehr gute
 20 Egalität auszeichnet.

Beispiel 6

1 Teil des Farbstoffs der Formel

25



30

wird in 500 Teilen Wasser, das 2 Teile Natriumhydroxid enthält, durch Erwärmen auf 40°C gelöst. Dann wird der pH-Wert der Lösung durch Zusatz einer Lösung von Terphenylsulfonsäure-Formaldehyd-Kondensat auf 5 gestellt.

35 Nachdem 50 Teile eines Polyestergewebes eingebracht wurden, wird 1 Stunde bei 120°C gefärbt. Das gefärbte Gewebe wird dann aus dem Färbebad entnommen, mit einer 0,5 %igen wäßrigen Lösung von Natriumhydroxid bei 60°C



gespült, in Wasser gespült und abschließend getrocknet.

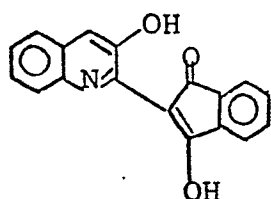
Man erhält eine sehr gut egalisierte, klar blaue Färbung, die sehr gute Echtheiten aufweist.

5

Beispiel 7

0,5 Teile des Farbstoffs der Formel

10



15

werden in 500 Teilen Wasser, das 1,5 Teile Natriumhydroxid enthält, durch Erwärmen auf 40°C gelöst.

Dann wird der pH-Wert der Lösung durch Zusatz einer Lösung von Diphenylsulfonsäure-Formaldehyd-Kondensat

20 auf 5,5 gestellt. Nach Einbringen von 50 Teilen eines Polyestergewebes wird 1 Stunde bei 130°C gefärbt. Das gefärbte Gewebe wird aus dem Färbebad entnommen, mit

einer 0,5 %igen wäßrigen Lösung von Natriumhydroxid bei 60°C gespült, danach in Wasser gespült und

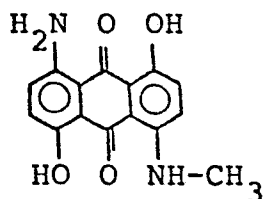
25 schließlich getrocknet.

Man erhält eine klare gelbe Färbung von sehr guten Echtheiten.

Beispiel 8

30

0,5 Teile des Farbstoffs der Formel



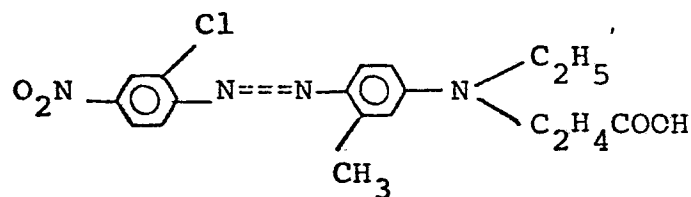
35

werden in 500 Teilen Wasser, das 4 Teile Natriumhydroxid enthält, durch Erwärmen auf 40°C gelöst. Dann wird der pH-Wert der Lösung durch Zugabe einer Lösung von Diphenyläthersulfonsäure-Formaldehyd-Kondensat auf 5,5
5 gestellt. Nach Einbringen von 25 Teilen eines Polyesterergewebes wird 90 Minuten bei 130°C gefärbt. Die Aufarbeitung erfolgt, wie in Beispiel 7 beschrieben.

Man erhält eine klare, grünstichig blaue Färbung von
10 guten Echtheiten.

Beispiel 9

0,2 Teile des Farbstoffs der Formel
15



20 werden in 400 Teilen Wasser, welches 0,8 Teile Natriumhydroxid enthält, unter gelindem Erwärmen gelöst. Nach Einstellen des pH-Wertes der Lösung auf 4,5 durch Zusatz einer Lösung von Naphthalinsulfonsäure-Formaldehyd-
25 Kondensat werden 2,5 Teile β -Phenoxyäthanol als Träger zugegeben. Nach Einbringen von 20 Teilen Polyester-gewebe in das Färbebad wird das Fasermaterial 1 Stunde bei 100°C gefärbt.

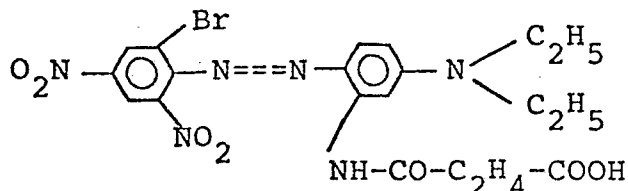
30 Das gefärbte Polymestermaterial wird bei 60°C sodaalkalisch behandelt, danach mit Wasser gespült und schließlich gestrocknet.

Man erhält eine kräftige rote Färbung mit guten Echtheits-
35 eigenschaften und besonders guter Egalität.

Beispiel 10

1 Teil des Farbstoffs der Formel

5



10

wird in 500 Teilen Wasser, welches 2 Teile Natriumhydroxid enthält, unter gelindem Erwärmen gelöst. Dann wird der pH-Wert der Lösung durch Zusatz einer Lösung von Ditolyläthersulfonsäure-Formaldehyd-Kondensat auf 4,5 eingestellt. Nach Einbringen von 25 Teilen Polyester-
gewebe wird 90 Minuten bei 130°C gefärbt. Das gefärbte Gewebe wird aus dem Färbebad genommen, mit einer 0,5 %igen wäßrigen Lösung von Natriumhydroxid bei 60°C gespült, in Wasser behandelt und abschließend getrocknet.

20

Man erhält eine gut egalisierte, rotstichig marineblaue Färbung von guten Echtheiten.

Beispiel 11

25

1900 Teile texturiertes Polyestergarn in Form eines dichten Wickels (Muff) werden in einem Färbeautoklav 45 Minuten bei 130°C mit 19 l Färbeflotte durchströmt, die folgendermaßen bereitet worden ist:

30

19 Teile des in Beispiel 3 genannten Farbstoffs werden in 3,8 ml Natronlauge 32,5 %ig und 8 l Wasser von 80°C gelöst. Nach dem vollständigen Lösen wird mit weiteren 11 l Wasser von 80°C verdünnt und danach 18 Teile Dispergiermittelsäure (Ligninsulfonsäure) zugesetzt, wobei sich ein pH-Wert von ca. 5 einstellt. Nach dem Färben wird mit Wasser
gespült und anschließend mit 4 ml/l Natronlauge 32,5 %ig und 1 g/l eines nichtionogenen Waschmittels (Äthylenoxidadditionsprodukt) 20 Minuten bei 80°C nach-

35



behandelt, mit Wasser gespült und getrocknet.

Man erhält eine gelbstichige Rotfärbung mit guten
Echtheitseigenschaften, insbesondere mit sehr guter
5 Reibechtheit.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zum Färben von synthetischen Fasermaterialien aus aromatischen Polyestern, Cellulose-2 $\frac{1}{2}$ -acetat, Cellulose-triacetat oder Polyamiden, dadurch gekennzeichnet, daß man in ein wäßriges Färbebad, das ein Salz eines sulfonsäuregruppenfreien dispersen Azo-, Nitro-, Methin-, Azomethin-, Triphenylmethan-, Styryl-, Naphthostyryl-, Isoindolin-, Indophenol-, Chinophthalon-, Naphtholon-, Naphthazarin-, Oxazin-, Cumarin-, Naphthochinon- oder Naphthochinonimin-Farbstoffs mit mindestens einer Carbonsäure-, Sulfamoylaryl-, aromatisch gebundener Hydroxyl- oder tautomerer Keto-Enol-Gruppe oder ein Salz eines sulfonsäuregruppenfreien dispersen Farbstoffs mit drei oder mehr kondensierten Ringen und mindestens einer Carbonsäure-, Sulfamoylaryl-, aromatisch gebundener Hydroxyl- oder tautomerer Keto-Enol-Gruppe enthält, die in alkalischem Medium zur Bildung eines Salzes fähig ist, ein Fasermaterial der genannten Art und eine Dispergiermittelsäure zur Herabsetzung des pH-Wertes des Färbebades auf unter 7 einbringt, das Färbebad erhitzt und abschließend das gefärbte Fasermaterial in einer wäßrigen Lösung eines alkalischen Mittels spült.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Dispergiermittelsäuren Reaktionsprodukte aus Formaldehyd und aromatischen Sulfonsäuren sowie Ligninsulfonsäuren eingesetzt werden.
3. Verfahren nach Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Dispergiermittelsäuren Reaktionsprodukte aus Terphenyl-sulfonsäure und Formaldehyd, Diphenylsulfonsäure und Formaldehyd, Diphenyläthersulfonsäure und Formaldehyd, Ditolyläthersulfonsäure und Formaldehyd, Naphthalinsulfonsäure und Formaldehyd,



Alkylnaphthalinsulfonsäure und Formaldehyd, 1-Benzyl-naphthalinsulfonsäure und Formaldehyd, 1-Benzoylnaphthalinsulfonsäure und Formaldehyd eingesetzt werden.

5

4. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Dispergiermittelsäuren in solchen Mengen eingesetzt werden, daß sich am Ende der Färbung im Färbebad ein pH-Wert unterhalb 7, vorzugsweise zwischen 4,5 und 6,5 einstellt.

10



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0044026

Nummer der Anmeldung

EP 81 10 5283

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
	<u>DE - A - 2 439 658 (ICI)</u> * ganzes Dokument, insbesondere Seite 5, Absatz 1 *	1-4	D 06 P 3/36 3/26 1/62 1/00
	--		
D/A	<u>DE - A - 2 317 946 (ICI)</u> * ganzes Dokument, insbesondere Seite 7, Absatz 2 und Seite 8, Absätze 1 und 2; Beispiele 73 bis 75 *	1-3	
	--		
D/A	<u>DE - A - 2 317 947 (ICI)</u> * ganzes Dokument, insbesondere Seite 7, Absatz 3; Seite 8, Absatz 2; Beispiel 3 *	1-3	D 06 P 1/00 3/54 3/48 3/42 3/36 3/26 1/62 1/56 1/50 1/16
	--		
A	<u>DE - A - 2 604 913 (BAYER)</u> * ganzes Dokument *	1	
	--		
A	<u>DE - A - 2 616 211 (BAYER)</u> * ganzes Dokument *	1	
	--		
	./..		
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			KATEGORIE DER GENANNTE 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 Patent- familie, übereinstimmendes Dokument
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	25.09.1981	DEKEIREL	

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 3)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
A	CHEMICAL ABSTRACTS, Band 81, Nr. 20, 18. November 1974, Zusammenfassung Nr. 122640b, Seite 119 COLUMBUS OHIO (US) & JP - A - 74 31 984 (SUMITOMO CHEMICAL CO., LTD.) (23.03.1974) * Zusammenfassung * --	1-3	
D/A	<u>DE - B - 1 266 272 (BAYER)</u> * ganzes Dokument, insbesondere Spalte 19, Zeilen 7-15 * -----	1	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 3)