(1) Veröffentlichungsnummer:

**0 045 068** A1

(12)

## **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21) Anmeldenummer: 81105851.0

22 Anmeldetag: 24.07.81

(f) Int. Cl.<sup>3</sup>: **D 06 P 3/68**, D 06 P 1/12, D 06 P 1/52

30 Priorität: 30.07.80 DE 3028843

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

Weröffentlichungstag der Anmeldung: 03.02.82 Patentblatt 82/5

> (72) Erfinder: von der Eltz, Hans-Ulrich, Dr., Willibrachtstrasse 14, D-6000 Frankfurt am Main 50 (DE) Erfinder: Heinisch, Peter, Im Schulzehnten 20, D-6233 Kelkheim (Taunus) (DE) Erfinder: Ballmann, Hans-Jörg, Völklinger Weg 66, D-6000 Frankfurt am Main 71 (DE)

- 84 Benannte Vertragsstaaten: BE CH DE FR GB IT LI
- Verfahren zum halbkontinuierlichen Färben von Rundstuhl-Wirkwaren aus Cellulosefasern mit Azo-Entwicklungsfarbstoffen.

Beim zweibadigen Färben von schlauchförmigen Cellulosegewirken mit aus ihren Bildungskomponenten durch Kupplung auf der Faser hergestellten Azofarbstoffen war es nach der Grundierung des Textilguts durch Ausziehen in der Haspelkufe in der Praxis bisher nicht möglich, die Entwicklungsflotte rasch genug ins Innere des Warenschlauchs zu bringen. Die Farbstoffentwicklung ohne Zwischentrocknung scheiterte an der ungenügenden Flottenaufnahme der breit geführten, vorgrundierten Ware beim nass-in-nass-Überklotzen mit der Entwicklungsflotte.

Durch Zusatz einer Hilfsmittelkombination aus Homo- oder Mischpolymeren des Acrylsäureamids und eines Netzmittels zur Entwicklungsflotte gelingt es, die Flottenaufnahme durch das feuchte Fasermaterial derart zu steigern und die Durchdringungsgeschwindigkeit der Flotte im Verlauf der Kupplung so zu fördern, dass egale, gut durchgefärbte Warenschläuche erhalten werden.

Erfindungsgemäss lässt sich dadurch das Färben von Rundstuhl-Wirkwaren, vor allem in Schlauchform, mit Azo-Entwicklungsfarbstoffen erst sicher gestalten.

A1

045 068

<u>О</u>

Verfahren zum halbkontinuierlichen Färben von Rundstuhl-Wirkwaren aus Cellulosefasern mit Azo-Entwicklungsfarbstoffen

Die nachstehend erläuterte Erfindung betrifft das gleichmäßige Färben von in Schlauchform vorliegenden Rundstuhl-Wirkwaren aus Cellulosefasern, insbesondere Baumwolle, mit auf der Faser erzeugten wasserunlöslichen Azofarbstoffen nach einer halbkontinuier-

- 5 lichen Methode, wobei zur Grundierung eine Kupplungskomponente unter alkalischen Bedingungen entsprechend der Auszieh-Färbetechnik aufgebracht, der Warenschlauch anschließend teilentwässert und dann die Farbstoff-Entwicklung naß-in-naß durch Überklotzen mit einer Diazokomponente in
- 10 Gegenwart von Säure oder säureliefernden Substanzen vorgenommen werden.

Das gleichmäßige Färben von Baumwoll-Rundstuhl-Wirkwaren im Schlauch mit Azo-Entwicklungsfarbstoffen bereitet besonders in Bezug auf die Egalität der nach einem solchen Schema hergestellten Färbungen außerordentliche Schwierigkeiten. Das hier anstehende Problem konnte bisher nur Teillösungen zugeführt werden. Vor allem Interlockware ist auf diese Weise kaum egal zu färben, weil sich bei Beginn der Farbstoffbildung aus Kupplungs- und Diazokomponente infolge

- 20 der Dichtheit des nassen Textilmaterials und durch die größere Geschwindigkeit von Ionenreaktionen gegenüber der Kupplungsreaktion uneinheitliche Kupplungsbedingungen auf der Ware ergeben, die letztlich als Unegalitäten der Färbung in Erscheinung treten. Derartige Beeinträchtigungen
- 25 des färberischen Ergebnisses werden in erster Linie beim Arbeiten auf Haspelkufen verursacht, wobei an manchen Warenstellen eine Farbstoffkupplung überhaupt nicht mehr zustande kommt.
- 30 Es hat daher nicht an Versuchen gefehlt, die festgestellten Mängel beim Färben von schlauchförmigen Gewirken mit auf der Faser erzeugten Azofarbstoffen zu beheben, doch sind

diese Anstrengungen bis heute allein in Einzelfällen erfolgreich gewesen. So wird z.B. bei Anwendung von einzelnen ausgewählten Kombinationen aus Kupplungs- und Diazokomponente die Grundierung des Färbeguts mit der Kupplungskomponente in einer Haspelkufe durchgeführt und die Entwicklung des Farbstoffes durch Behandlung mit der Diazokomponente anschließend in speziell konstruierten Rollenkufen in teilkontinuierlicher Operation vorgenommen. Diese Arbeitsweise läßt jedoch nur das Färben von begrenten Metragen zu, weil aufgrund des beschränkten Rauminhaltes von Rollenkufen lediglich ein gewisses Entwicklungspotential vorgegeben ist und auch die optimalen pH-Bedingungen für die Kupplungsphase bloß schwer auf längere Zeit eingehalten werden können.

Weiterhin ist in diesem Zusammenhang gemäß der DE-PS 28 08 909 ein einbadiger Ausziehprozeß für Textilien in Strangform vorgeschlagen worden, bei dem durch Ansäuern der sonst alkalischen Grundierungsflotte vor der Zugabe der Diazokomponente ein gleichmäßiger, niedriger pH-Wert auf der Ware eingestellt wird, so daß der Kupplungsvorgang alsdann ohne Beeinflussung durch die Ionenreaktion ablaufen kann. Auch dieses bekannte Verfahren zeigte aber in der Praxis keine einwandfreie Egalität der so erhaltenen Färbungen und oft eine nicht zufriedenstellende Farbstoffausbeute (säureempfindliche Naphthole).

Der Anwendung sogenannter naß-in-naß-Verfahren zur Herstellung von Azofarbstoffen auf der Faser, d.h. der Entwicklung einer nicht zwischengetrockneten Grundierung auf dem Foulard, steht entgegen, daß das Quantum der zusätzlich beim überklotzen der nassen grundierten Ware aufgenommenen Flotte (d.h. die zusätzliche Flottenaufnahme) nicht ausreicht, um die zur Entwicklung des Farbstoffes notwendige Menge Diazoniumverbindung zu lösen, und daß bei einer solchen Arbeitsweise die zur Neutralisation des Alkalis aus der Grundierung notwendige Alkalibindemittelkonzentration (Essigsäure) so hoch ist, daß sie die Kupplungsreaktion an der Warenober-

5

10

15

20

25

30

fläche, wohin sie zuerst gelangt, ungünstigt beeinflußt. Darüber hinaus war es nach der Grundierung des Textilgutes mit der Kupplungskomponente in einer Haspelkufe bisher nicht möglich, die Entwicklungsflotte rasch genug in das Innere des Warenschlauches zu bringen.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung bestand also darin, die zuvor geschilderten Nachteile beim zweibadigen Färben von Rundstuhl-Wirkwaren in Schlauchform naß-in-naß mit den Komponenten zur Bildung wasserunlöslicher Azofarbstoffe auf der Faser insbesondere hinsichtlich der ungenügenden Flottenaufnahme im Verlauf der Überklotzoperation mit der Entwicklungsflotte auszuschalten, d.h. es mußte bei einer Klotzung von nasser, bereits mit der Kupplungskomponente grundierter Ware soviel Flotte aufgebracht werden, daß sich darin die zur Farbstoffbildung notwendige Menge an Diazoniumverbindung lösen läßt und daß die Alkalibindemittelkonzentration während der Kupplung nicht zu hoch wird. Außerdem galt es, für eine rasche Durchdringung des Gewirks mit der genannten Klotzflotte Sorge zu tragen, welche zur Vergleichmäßigung der Kupplungsbedingungen in der Ware erforderlich ist.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäße dadurch gelöst, daß man der sauren Entwicklungsflotte mit der kupplungsfähigen Diazo-komponente 15 bis 60 g/l eines Polymerisats oder Mischpolymerisats des Acrylsäureamids in Form einer 2 bis 8, vorzugsweise 4 bis 5 gew.-%igen, wäßrigen Einstellung sowie 2 bis 20 g/l eines anionischen oder nichtionischen Netzmittels zusetzt.

Als solche Polymerisate oder Mischpolymerisate des Acrylsäureamids kommen beispielsweise in Betracht:

- a) lineare oder verzweigte Polymerisate des Acrylsäureamids;
  - b) Mischpolymerisate aus Acrylsäureamid und Halbestern der Maleinsäure mit Polyglykoläthern von natürlichen oder

synthetischen Fettalkoholen (mit 12 bis 18 C-Atomen) mit 5 bis 10 Mol Äthylenoxid je Mol Fettalkohol, im Gewichtsverhältnis von 1: 0,05 bis 1: 0,5 (bezogen auf das Acrylsäureamid);

5

- c) Mischpolymerisate aus Acrylsäureamid und Acrylamidopropionsulfonsäure im Gewichtsverhältnis von 1: 0,05 bis 1: 0,5 (bezogen auf das Acrylsäureamid);
- 10 d) Mischpolymerisate aus Acrylsäureamid und N-Vinyl-Nmethylacetamid im Gewichtsverhältnis von 1 : 0,05 bis
  1 : 0,5 (bezogen auf das Acrylsäureamid);
- e) Mischungen der vorstehend unter a) bis d) genannten Poly merisate untereinander und gegebenenfalls in Kombination mit E-Caprolactam im Gewichtsverhältnis von 1:0,5 bis
   1:1 (bezogen auf die Polymerisate).

Die zur Anwendung gelangenden Polymerisate des Acrylsäure20 amids oder dessen Mischpolymerisate mit den anderen, vorstehend unter a) bis e) genannten Monomeren weisen ein
Molekulargewicht von 1,0·10<sup>6</sup> bis 2,5·10<sup>6</sup>, vorzugsweise
1,5·10<sup>6</sup> bis 2,0·10<sup>6</sup>, auf.

- 25 Aus den spezifischen Eigenschaften der genannten Acrylsäureamid-Polymerisate resultiert überraschenderweise eine Zunahme der Flottenaufnahme bei gleichem Walzendruck (in
  bar/cm²). Dieser Effekt ist etwa proportional der angewendeten Menge der Produkte, d.h. je höher die Anwendungskon30 zentration, desto stärker auch die Zunahme der Flottenaufnahme innerhalb eines technisch vertretbaren Bereichs
  (im Einklang mit den empfohlenen Konzentrationen der zugesetzten Polymerisate).
- 35 Durch die Mitwirkung von Polymerisaten und Mischpolymerisaten des Acrylsäureamids sowie eines Netzmittels im Rahmen der vorliegenden Erfindung gelingt es , die Flottenaufnahme durch das Färbegut bei der naß-in-naß-Überklotzung

mit der Entwicklungsflotte derart zu steigern und deren Durchdringungsgeschwindigkeit durch das doppelt liegende Textilmaterial so zu fördern, daß egale, gut durchgefärbte Warenschläuche erhalten werden.

5

10

Erstaunlicherweise erzielt man nach dem neuen Arbeitsprinzip auf den schlauchförmigen Textilien - je nach Einstellung und Leistungsfähigkeit des verwendeten Foulards - Flottenaufnahmewerte von zusätzlich 50 bis 130 % (vom Gewicht der trockenen Ware), also im Endeffekt eine Gesamtflottenaufnahme von 120 bis 200 Gew.-%, wenn sich auf dem behandelten Gewirk von der Grundierung (im Ausziehprozeß) her schon ca. 70 Gew.-% Feuchtigkeit befunden haben. In dieser zusätzlichen Flottenmenge läßt sich die Diazoniumverbindung in der notwendigen Menge lösen und die Alkalibindemittelkonzentration bewegt sich innerhalb der üblichen Grenzen. Außerdem stellt das Netzmittel eine rasche Verteilung der Klotzflotte im Gewirk sicher, so daß eine gleichmäßige Farbstoffbildung auf der Faser gegeben ist.

20

25

30

15

Es war überraschend, daß durch den Einsatz der Hilfsmittelkombination nach der vorliegenden Erfindung sich die Flottenaufnahme beim (zweiten) Klotzen unter sonst gleichen Bedingungen gegenüber einer Klotzflotte ohne diese Zusätze um ca. 70 Gew.-% steigern läßt und daß selbst auf bereits nasser Ware noch eine Erhöhung der Flottenaufnahme zu erzielen ist, die es erst erlaubt, die erforderliche Menge Diazokomponente auf die Vorgrundierung aufzubringen.

Die vermehrte Flottenaufnahme bedingt außerdem, daß Ungleichmäßigkeiten, welche das textile Material unmittelbar nach Verlassen des Foulards aufweist, durch Diffusion ausgeglichen werden, so daß es zu keiner Markierung der Quetschkanten des Gewirkschlauches kommt. Ein weiterer, 35

bei den bisherigen Versuchen aufgetretener Mangel ist damit ebenfalls behoben.

Mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es erstmals

möglich, auch voluminöses Material in Schlauchform zweibadig mit den Komponenten zur Bildung wasserunlöslicher Azofarbstoffe auf der Faser gleichmäßig und egal sowie ohne Zwischentrocknung zu färben. Die Nachteile der vom Stand der Technik bekannten Verfahren bezüglich einer naß-in-naß-Applikation sind überwunden und es steht somit eine Färbetechnik zur Verfügung, nach der größere, bereits grundierte Metragen von Schlauchware kontinuierlich der Farbstoff-Entwicklung zugeführt werden können.

10

15

30

35

farbstoffen eingesetzt.

5

Von den textilen Materialien eignen sich für das erfindungsgemäße Verfahren Rundstuhl-Wirkwaren aus Cellulosefasern,
insbesondere Baumwolle, die in Schlauchform zur Anwendung
gelangen, bei der die Egalität besonders wichtig ist. Als
solche Gewirke kann sogar stuhlrohe Ware (vorteilhaft bei
sehr vollen oder gedeckten Nuancen) eingesetzt werden. Das
beanspruchte Verfahren kann natürlich auch mit aufgeschnittener Ware durchgeführt werden.

Für das Färben der Textilien nach der vorliegenden Erfindung kommen die zur Erzeugung von Entwicklungsfarbstoffen üblichen, im Colour Index, 3. Auflage 1971 als "Azoic Coupling Component" (Kupplungskomponente) und als "Azoic Diazo Component" (Diazokomponente) aufgelisteten chemischen
Verbindungen in Frage.

Von den erfindungsgemäß angewandten Polymerisationsprodukten des Acrylsäureamids sind einige bekannt (DE-OS 2 542 051, CASSELLLA AKTIENGESELLSCHAFT), doch werden diese für einen völlig anderen Zweck, nämlich zur Unterdrückung des "frosting effect" beim Färben von Polyesterfasern mit Dispersions-

Bei der Durchführung des neuen Verfahrens wird wie folgt vorgegangen:

In üblicher Weise wird unter Berücksichtigung der zu erzielenden Farbtiefe, des verwendeten Flottenverhältnisses und des Gewichts der Rundstuhlware das schlauchförmige Textilgut als Warenstrang in einer Haspelkufe oder Jet-Färbeanlage mit einer Kupplungskomponente aus alkalischer Flotte grundiert. Beim Herausnehmen der so hergestellten Grundierung aus der Haspelkufe bzw. dem Färbejet wird der Schlauchstrang auf ca. 70 bis 90 Gew.-% Flottenrest in der Ware entwässert und daraufhin wird der Schlauch für die Klotzoperation breitgelegt. Dann wird die vorbehandelte Ware in üblicher Weise auf dem Foulard naß-in-naß in Gegenwart von Alkalibindemittel (Säure oder säureliefernde Substanzen) mit der eine kupplungsfähige Diazokomponente enthaltenden Entwicklungsflotte überklotzt, wobei man dieser Klotzflotte die erfindungsgemäße Kombination aus Acrylsäureamidpolymerisat und Netzmittel in den angegebenen Mengen zusetzt.

Die Berechnung der erforderlichen Mengen an Diazokomponente und Alkalibindemittel erfolgt - wie bei der Foulardfärberei von zwischengetrockneter Ware - mit den von den Herstellern der Diazokomponente in den Anwendungsvorschriften angegebenen Verhältniszahlen unter Berücksichtigung der zusätzlichen Flottenaufnahme.

Die nachfolgenden Beispiele sollen, besonders was die Art der eingesetzten Netzmittel betrifft, in keiner Weise eine Einschränkung darstellen, sondern nur der Erläuterung der vorliegenden Erfindung dienen. Die in den Ausführungsbeispielen ersichtlichen Prozentangaben bedeuten Gewichtsprozente; im Falle einer Naßbehandlung von Textilien beziehen sich solche Prozentangaben bezüglich Flottenaufnahme bzw. Restfeuchtegehalt auf das Gewicht der trockenen Ware.

#### Beispiel 1

20

In einer Haspelkufe wird im Flottenverhältnis von 1:20 eine Baumwoll-Interlockware (60 kg Rohware) in Schlauchform grundiert unter Einsatz einer wäßrigen Lösung von:

5						
	0,63	g/l	Azoic Coupling Component 32 mit der C.INr.			
			37580 (gelöst nach der Kaltlösevorschrift),			
	6	Natronlauge 32,5 %ig,				
	3	$cm^3/1$	eines Schutzkolloids auf Basis eines Fett-			
10	säure-Eiweiß-Kondensationsproduktes,					
	2	g/l	eines Netzmittels aus einem Natriumalkyl-			
			sulfonat und 10 % des Additionsproduktes			
			von 8 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Isotridecanol,			
	3	$cm^3/1$	eines Sequestriermittels auf Basis von einem			
15			Äthylendiaminacetat, und			
	20	g/l	Kochsalz.			

Die Grundierung des Textilgutes mit dieser Flotte erfolgt während 30 Minuten bei 30 bis 35°C. Die grundierte Ware wird nun aus der Haspelkufe herausgenommen und auf 70 % Restflotte abgequetscht; daraufhin wird der Schlauch zum Überklotzen breitgelegt.

Die Entwicklung des Farbstoffes erfolgt sodann ohne Zwischentrocknung durch Behandlung des grundierten Textilgutes
auf einem Foulard mittels zweimaligem Tauchen und Quetschen
mit einer wäßrigen Entwicklungsflotte enthaltend:

- 9/1 einer stabilisierten Diazoniumverbindung von
  Azoic Diazo Component 51 mit der C.I.-Nr.
  37195,

  30 g/1 einer 4,3 %igen, wäßrigen Einstellung eines
  Mischpolymerisats aus Acrylsäureamid und
  Acrylamidopropionsulfonsäure im Gewichtsverhältnis von 1: 0,1, bezogen auf das Acrylsäureamid, (Molekulargewicht des genannten
  Mischpolymerisats 1,9·10<sup>6</sup>),
  - 5 g/l eines Netzmittels aus einem Natriumalkylsulfo-

nat und 10 % des Additionsproduktes von 8 Mol
Xthylenoxid an 1 Mol Isotridecanol,

- 30 cm³/l Essigsäure 60 %ig, und
- 2 cm<sup>3</sup>/l eines Dispergiermittels aus 80 % Stearylalkohol, oxäthyliert pro Mol mit 25 Mol Äthylenoxid, und 20 % eines Polyäthylenglykols mit einem Molgewicht von 6000.

Man erhält auf diese Weise trotz unmittelbarer Verwendung 10 der noch nassen Ware im Verlauf des Überklotzens eine weitere Flottenaufnahme von 80 %.

Nach einem Luftgang von 40 Sekunden vervollständigt man die Farbstoffkupplung durch eine Heißwasserpassage des Textil
gutes bei 80°C. Zur Nachbehandlung der Färbung, die wie üblich erfolgt, nimmt man den Warenschlauch wieder auf die Haspelkufe.

Nach dem Trocknen resultiert ein einwandfrei egaler, gut durchgefärbter marineblauer Rundstuhlschlauch.

### Beispiel 2

20

q/l

Kochsalz.

5

In einer Jet-Färbemaschine werden 50 kg einer gebleichten
Baumwoll-Interlockware im Flottenverhältnis von 1 : 10 grundiert unter Verwendung einer wäßrigen Lösung von:

2,3 Azoic Coupling Component 8 mit der C.I.-Nr. g/137525 (gelöst nach der Kaltlösevorschrift),  $cm^3/1$ 6 Natronlauge 32,5 %ig, 30 3 g/12-2'Dinaphthylmethan-6,6'disulfonsäure (Natriumsalz), 3 g/1eines Sequestiermittels auf Basis von einem Athylendiaminacetat, cm<sup>3</sup>/l Formaldehyd 30 %ig, 35 0,02 g/l eines Entschäumers auf Siliconölbasis, und

Man grundiert das Textilgut mit dieser Flotte bei 35°C

während 30 Minuten, nimmt dann den Warenschlauch aus der Jet-Färbemaschine, quetscht diesen auf 90 % Restflotte ab und breitet ihn zum Überklotzen aus.

5 Auf einem Foulard wird nun der nasse, grundierte Warenschlauch zur Entwicklung des Farbstoffes durch einmaliges Tauchen und Quetschen mittels einer wäßrigen Flotte weiterbehandelt, welche wie folgt zusammengesetzt ist:

10	13	g/l	der Diazoniumverbindung von Azoic Diazo		
			Component 2 mit der C.INr. 37005,		
	45	g/l	einer 4,3 %igen, wäßrigen Einstellung eines		
			linearen Polymerisats von Acrylsäureamid (Mo-		
			lekulargewicht 1,4·10 <sup>6</sup> ),		
15	5	g/l	eines anionischen Netzmittels auf Basis eines		
			Natriumalkylsulfonats,		
	11	$cm^3/1$	Essigsäure 60 %ig,		
	13	g/l	Natriumacetat, und		
	2	g/1	eines Dispergiermittels aus 80 % Stearylal-		
20			kohol, oxäthyliert pro Mol mit 25 Mol Äthy-		
			lenoxid, und 20 % eines Polyäthylenglykols		
			mit einem Molgewicht von 6000.		

Man erhält hierbei im Zuge des überklotzprozesses trotz

der hohen, bereits vorhandenen Feuchtigkeit auf dem Warenschlauch eine zusätzliche Flottenaufnahme von 90 %, also
eine Gesamtflottenaufnahme von 180 %. Nach dem Klotzen legt
man das so behandelte Textilgut zur Vervollständigung der
Farbstoffbildung ab und führt nach 20 bis 30 Minuten die

Nachbehandlung der Färbung wie üblich in einer Jet-Färbemaschine durch. Die auf diese Weise erzielte brillante
Orangefärbung ist einwandfrei egal und der Schlauch ist gut
durchgefärbt.

35 Führt man die zuvor beschriebene Maßnahme zur Entwicklung des Farbstoffes analog, jedoch ohne Zusatz des Acrylsäure-amidpolymerisatsund des Netzmittels durch, dann erhält man nur eine zusätzliche Flottenaufnahme des Textilgutes von

20 % (auch bei beinahe druckloser Einstellung des Foulards auf 0,4 bis 1 bar/cm²), und es resultiert eine völlig unegale, im Inneren des Warenschlauches teilweise überhaupt nicht gekuppelte Färbung.

5

10

#### Beispiel 3

120 kg einer abgekochten Baumwoll-Feinrippware in Schlauchform werden in einer Haspelkufe im Flottenverhältnis von
1: 15 während 30 Minuten bei 30°C mit einer wäßrigen Flotte behandelt, die folgende Zusätze enthält:

1,81 g/1Azoic Coupling Component 28 mit der C.I.-Nr. 37541 (gelöst nach der Kaltlösevorschrift), cm3/1 Natronlauge 32,5 %ig, 6 3  $cm^3/1$ eines Schutzkolloids auf Basis eines Fett-15 säure-Eiweiß-Kondensationsproduktes, 10 eines Sequestriermittels auf Basis von einem g/1Athylendiaminacetat, und 20 g/1Kochsalz.

20

25

Nach Beendigung der Grundierung wird das so behandelte Textilgut auf 80 % Restflotte entwässert und anschließend wird auf einem Foulard naß-in-naß mittels zweimaligem Tauchen und Abquetschen des breitgelegten Schlauches mit einer Klotzflotte der untenstehenden Zusammensetzung der Farbstoff entwickelt:

13,4 der Diazoniumverbindung von Azoic Diazo g/1Component 32 mit der C.I.-Nr. 37090, 30 8 q/1Natriumacetat, 10 cm<sup>3</sup>/1 Essigsäure 60 %ig, 60. g/1einer 4 %igen, wäßrigen Einstellung des Mischpolymerisats aus Acrylsäureamid und dem Maleinsäurehalbester eines Polyglykoläthers 35 aus dem Additionsprodukt von 8 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Isotridecanol, im Gewichtsverhältnis von 1: 0,075, bezogen auf das Acryl-

säureamid, (Molekulargewicht des genannten

Mischpolymerisats 1,47·10<sup>6</sup>), und

5 cm³/l eines Netzmittels auf Basis eines Natriumalkylsulfonats und eines oxäthylierten Isotridecanols.

5

10

Die zusätzliche Flottenaufnahme beim Überklotzen des Schlauches beträgt in diesem Falle 120 %. Nach einem Luftgang von 30 Sekunden wird eine Heißwasserpassage der gefärbten Ware bei 80°C zur Vervollständigung der Kupplung gegeben und die Färbung wie üblich auf dem Grundierungsaggregat nachbehandelt.

Man erhält eine gut durchgefärbte, egale, brillant rote Baumwollfeinrippware.

#### Patentansprüche:

- . 1. Verfahren zum gleichmäßigen Färben von in Schlauchform vorliegenden Rundstuhl-Wirkwaren aus Cellulosefasern mit auf der Faser erzeugten wasserunlöslichen Azofarbstoffen nach einer halbkontinuierlichen Methode, wobei zur Grun-5 dierung eine Kupplungskomponente unter alkalischen Bedingungen entsprechend der Auszieh-Färbetechnik aufgebracht, der Warenschlauch anschließend teilentwässert und dann die Farbstoff-Entwicklung naß-in-naß durch Überklotzen mit einer Diazokomponente in Gegenwart von Säure oder · säureliefernden Substanzen vorgenommen werden, dadurch 10 gekennzeichnet, daß man der sauren Entwicklungsflotte mit der kupplungsfähigen Diazokomponente 15 bis 60 g/l eines Polymerisats oder Mischpolymerisats des Acrylsäureamids in Form einer 2 bis 8, vorzugsweise 4 bis 5 gew.-%igen, wäßrigen Einstellung sowie 2 bis 20 g/l eines an-15 ionischen oder nichtionischen Netzmittels zusetzt.
  - 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man lineares oder verzweigtes Polyacrylsäureamid zusetzt.
- 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Mischpolymerisate aus Acrylsäureamid und Halbestern der Maleinsäure mit Polyglykoläthern von natürlichen oder synthetischen Fettalkoholen (mit 12 bis 18 C-Atomen) mit 5 bis 10 Mol Äthylenoxid je Mol Fettalkohol, im Gewichtsverhältnis von 1:0,05 bis 1:0,5 (bezogen auf das Acrylsäureamid) zusetzt.
- 4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Mischpolymerisate aus Acrylsäureamid und Acrylamidopropionsulfonsäure im Gewichtsverhältnis von 1: 0,05 bis 1: 0,5 (bezogen auf das Acrylsäureamid) zusetzt.
  - 5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Mischpolymerisate aus Acrylsäureamid und N-Vinyl-N-methylacetamid im Gewichtsverhältnis von 1:0,05 bis

- 1: 0,5 (bezogen auf das Acrylsäureamid) zusetzt.
- 6. Verfahren nach Ansprüchen 2 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man Mischungen der dort genannten Polymerisate untereinander zusetzt.

5

10

- 7. Verfahren nach Ansprüchen 2 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man den dort genannten Polymerisaten noch € Caprolactam im Gewichtsverhältnis von 1 : 0,5 bis 1 : 1 (bezogen auf die Polymerisate) zusetzt.
- 8. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die verwendeten Polymerisate des Acrylsäureamids oder dessen Mischpolymerisate ein Molekulargewicht von 1,0·10<sup>6</sup> bis 2,5·10<sup>6</sup> aufweisen.



# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

	EINSCHLÄ	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.3)		
Kategorie	Kennzeichnung des Dokumen maßgeblichen Teile	ts mit Angabe, soweit erforderlich, der	betrifft Anspruch	
Х	DE - A - 2 815	511 (CASSELLA)	1,2,8	D 06 P 3/68
	ter Absatz 4; Seite 8 dere Absat	1,4,8; Seite 6, let; Seite 7, Absätze, ganz und insbeson z 3; Seite 9, Absat 0, zweiter bis vorsatz *	2,  .z	1/52
D	<u>DE - A - 2 542</u> * Insgesamt	051 (CASSELLA) *	3,8	
		wa Ma		RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Ci.3)
	8, August 1980 73688k	ACTS, Band 93, Nr., Seite 96, Nr.	1,4	D 06 P 3/68 1/12 1/52
-	Columbus, Ohio & JP - A - 80 SHI) 15-04-1	51884 (FUKUI, KIYO-		1/649 3/87 C 09 B 67/36
	* Zusammenfa	ssung *		
A	CH - A - 594 7  * Spalte 6, te 1, Zeil Zeilen 15-	Ansprüche I,7; Spal en 43-55; Spalte 2,	2,8	
				KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
A		ACTS, Band 83, Nr. r 1975, Seite 96,	.1	X: von besonderer Bedeutung     A: technologischer Hintergrund     O: nichtschriftliche Offenbarung     P: Zwischenliteratur     T: der Erfindung zugrunde
	& JP - A - 75 SPINNING CO.	liegende Theorien oder Grundsätze		
	* Zusammenfa		E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführt	
		/.		Dokument  L: aus andern Gründen angeführtes Dokument
7	Der vorliegende Recherchenb	ericht wurde für alle Patentansprüche ers	stellt.	&: Mitglied der gleichen Patent familie, übereinstimmend Dokument
echercher	ort Den Haag	Abschlußdatum der Recherche 12-11-1981	Prüfer	DEKEIREL



EPA Form 1503.2 06.78

## **EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT**

KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl. 3) **EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE** Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile Kategorie betrifft Anspruch Α DE - A - 2836289 (ALLIED 4,6 COLLOIDS) \* Insgesamt \* DE - A - 2 738 497 (CHEMISCHE FA-BRIK PFERSEE) Α \* Insgesamt \* Α FR = E = 66.672 / 1.010.290 (BASF) RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 3) \* Insgesamt \* P EP - A - 0 019 188 (HOECHST)2-8 \* Ansprüche 2-9; Seite 2, Zeile 13 - Seite 4, Zeile 18 \*