

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 82100485.0

(51) Int. Cl.³: **D 06 P 5/06**, **D 06 P 1/607**,
D 06 P 3/14

(22) Anmeldetag: 25.01.82

(30) Priorität: 04.02.81 DE 3103815

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

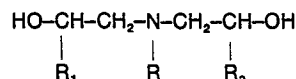
(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: 11.08.82
 Patentblatt 82/32

(72) Erfinder: **Tamer, Ergun, Dipl.-Ing., Zedernweg 37, D-5090 Leverkusen 31 (DE)**
 Erfinder: **Engelhard, Helmut, Dr., Moltkestrasse 9, D-4047 Dormagen 1 (DE)**

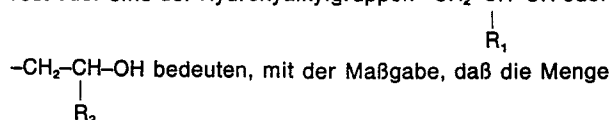
(84) Benannte Vertragsstaaten: DE FR GB IT

(54) Verfahren zur Nachbehandlung von gefärbten, filzfrei ausgerüsteten Fasermaterialien.

(57) Zur Nachbehandlung von Färbungen auf filzfrei ausgerüsteten, keratinhaltigen Fasermaterialien werden diese Fasermaterialien, bei denen die Filzfreiausrüstung vor oder nach dem Färben erfolgte, mit wäßrigen Flotten behandelt, die Polyether enthalten, die durch Kondensation von N-2-Hydroxyalkylaminen der Formel



in der
 R₁ und R₂ unabhängig voneinander Wasserstoff oder einen C₁-C₄-Alkylrest und
 R einen C₁-C₁₅-Alkyl-, Cycloalkyl-, Aralkyl- oder Arylrest oder eine der Hydroxyalkylgruppen -CH₂-CH-OH oder



an N-2-Hydroxyalkylaminen, in denen R für eine Hydroxyalkylgruppe steht, nicht mehr als 20 Gewichtsprozent der eingesetzten Hydroxyalkylamine beträgt, gegebenenfalls durch Co-Kondensation mit Polyolen der Formel



in der

A einen 2-, 3- oder 4-wertigen aliphatischen, cycloaliphatischen, araliphatischen oder aromatischen Rest bedeutet und

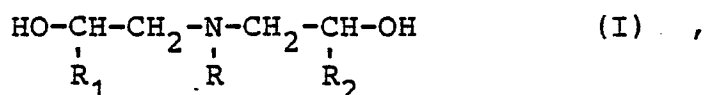
n eine Zahl von 2 bis 4 ist, und gegebenenfalls durch Quaternierung erhalten werden.

EP 0 057 398 A2

BAYER AKTIENGESSELLSCHAFT 5090 Leverkusen, Bayerwerk
Zentralbereich
Patente, Marken und Lizenzen Mi/kl-c

Verfahren zur Nachbehandlung von gefärbten, filzfrei
ausgerüsteten Fasermaterialien

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Nachbehandlung von Färbungen auf filzfrei ausgerüsteten, keratinhaltigen Fasermaterialien. Das Verfahren besteht darin, daß diese Fasermaterialien, bei denen die Filz-
5 freiausrüstung vor oder nach dem Färben erfolgte, mit wäßrigen Flotten behandelt werden, die Polyether enthalten, die durch Kondensation von N-2-Hydroxyalkylaminen der Formel



10 in der

R₁ und R₂ unabhängig voneinander Wasserstoff oder einen C₁-C₄-Alkylrest und

R einen C₁-C₁₅-Alkyl-, Cycloalkyl-, Aralkyl- oder Arylrest oder eine der Hydroxyalkyl-

gruppen $-\text{CH}_2-\underset{\text{R}_1}{\text{CH}}-\text{OH}$ oder $-\text{CH}_2-\underset{\text{R}_2}{\text{CH}}-\text{OH}$ bedeuten,
 mit der Maßgabe, daß die Menge an N-2-Hydroxy-
 alkylaminen, in denen R für eine Hydroxyal-
 kylgruppe steht, nicht mehr als 20 Gewichts-
 5 prozent der eingesetzten Hydroxyalkylamine
 beträgt,

gegebenenfalls durch Co-Kondensation mit Polyolen der
 Formel



10 in der

A einen 2-, 3- oder 4-wertigen aliphatischen, cyc-
 loaliphatischen, araliphatischen oder aromati-
 schen Rest bedeutet und

n eine Zahl von 2 bis 4 ist,

15 und gegebenenfalls durch Quaternierung erhalten wer-
 den.

Für R seien beispielsweise genannt:

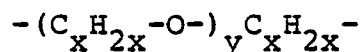
als C_1 - C_{15} -Alkylreste der Methyl-, Ethyl-, Propyl-,
 n-Butyl-, sec.-Butyl-, 2-Ethylhexyl-, Decyl- und
 20 Dodecylrest;

als Cycloalkylreste vor allem der Cyclohexylrest und

- durch C₁-C₄-Alkylgruppen substituierte Cyclohexylreste, wie der Methylcyclohexyl-, Ethylcyclohexyl-, Butylcyclohexyl-, Dimethylcyclohexyl- und der Diethylcyclohexylrest;
- 5 als Aralkylreste insbesondere der gegebenenfalls durch C₁-C₄-Alkyl substituierte Benzylrest;
als Arylreste vor allem der gegebenenfalls durch C₁-C₄-Alkyl substituierte Phenylrest wie der Kresyl-, Xyl-yl-, Ethylphenyl- und tert.-Butylphenylrest.
- 10 Für R₁ und R₂ seien als C₁-C₄-Alkylreste der Methyl-, Ethyl-, Propyl-, n-Butyl- und sec.-Butylrest genannt.

In bevorzugten Verbindungen (I) stehen R für C₁-C₄-Alkyl oder Cyclohexyl und R₁ und R₂ für Wasserstoff oder Methyl.

- 15 Als aliphatische Reste A sind C₂-C₄-Alkylenreste oder Reste der Formel



worin

- x für 2 oder 3 und
20 y für 1 - 3 stehen,

besonders zu nennen.

Bevorzugte cycloaliphatische, araliphatische und aromatische Reste A leiten sich von den als Beispiele unter R genannten Resten ab.

Als Polyole (II) seien genannt:

- 5 aliphatische Polyole, z.B. Diole, wie Ethylenglykol, Propylenglykol, Butylenglykol, Diethylenglykol, Triethylenglykol, Tetraethylenglykol;
Triole wie Glycerin, Trimethylolethan, Trimethylolpropan;
10 Tetraole wie Pentaerythrit;
cycloaliphatische Diole, wie 1,4-Dioxycyclohexan;
araliphatische Diole, wie 1,4-Bis-methylolbenzol, 1,4-Di- β -hydroxyethoxybenzol, 4,4'-Di- β -hydroxyethoxydiphenylether, 4,4'-Di- β -hydroxyethoxydiphenylsulfid,
15 4,4'-Di- β -hydroxyethoxybenzophenon, 2,2-Bis-(4- β -hydroxyethoxyphenyl)-propan.

- Es hat sich als zweckmäßig erwiesen, die Menge an ein-
kondensierten Polyolen nicht höher als 25 Gewichtspro-
zent, bezogen auf das Gewicht des Polyethers, zu wäh-
20 len.

Das mittlere Molekulargewicht der erfindungsgemäß zu verwendenden Polyether sollte zwischen 500 und 20 000, vorzugsweise 1 000 bis 15 000 liegen.

- Bei den erfindungsgemäß zu verwendenden Polyethern
25 handelt es sich um lineare oder leicht verzweigte Poly-

ether. Die linearen Polyether können nach bekannten Verfahren durch Kondensation von N-2-Hydroxyalkylaminen der Formel I, in Gegenwart saurer Katalysatoren, z.B. H_3PO_3 , bei erhöhten Temperaturen, z.B. 150 - 280°C erhalten werden. Um zu verzweigten Polyethern zu gelangen, kondensiert man die tertiäre Aminogruppen enthaltenden Diöle zusammen mit tertiäre Aminogruppen enthaltenden Triolen, d.h. N-2-Hydroxyalkylaminen der Formel I, in der R für eine der angegebenen β -Hydroxyalkylgruppen steht. Um eine Vernetzung zu vermeiden, sollte die Menge an Triolen im Kondensationsgemisch aber nicht mehr als 20 Gewichtsprozent, vorzugsweise 2 - 15 Gewichtsprozent, betragen.

Die erfindungsgemäß zu verwendenden Polyether sind beispielsweise aus der GB-PS 1 107 819 und der DE-OS 2 060 572 bekannt.

Als β -Hydroxyalkylamine der Formel (I) seien beispielsweise die N-Di-(2-hydroxyalkyl)-amine genannt, wie sie bei der Anlagerung von Ethylen-, Propylen- und Butylenoxid oder Gemischen dieser Alkylenoxide an primäre aliphatische, cycloaliphatische, araliphatische und aromatische Amine entstehen.

Vertreter dieser N-Di-(2-hydroxyalkyl)-amine sind z.B.: N,N-Bis-(2-hydroxyethyl)-N-methylamin, N,N-Bis- β -hydroxypropyl-(1)-methylamin, N,N-Bis- β -hydroxybutyl-(1)-methylamin, N,N-Bis-(2-hydroxyethyl)-N-isopropyl-

amin, N,N-Bis-(2-hydroxyethyl)-N-n-butylamin, N,N-Bis-/2-hydroxypropyl-(1)7-N-sec.-butylamin, N,N-Bis-(2-hydroxyethyl)-cyclohexylamin; N,N-Bis-(2-hydroxyethyl)-N-benzylamin, N,N-Bis-(2-hydroxyethyl)-N-(4-methylbenzyl)-amin, N,N-Bis-(2-hydroxyethyl)-anilin, N,N-Bis-/2-hydroxypropyl-(1)7-anilin, N,N-Bis-(2-hydroxyethyl)-3-methylanilin, N,N-Bis-(2-hydroxyethyl)-4-tert.-butylanilin.

Als Vertreter der zur Herstellung der verzweigten Polyether mitverwendeten Triole seien insbesondere Triethanolamin, Triisopropanolamin und Tributanolamin genannt.

Es hat sich gezeigt, daß die Quaternierungsprodukte der erfindungsgemäß zu verwendenden Polyether häufig eine stärkere Wirkung hinsichtlich der Verbesserung der Echtheitseigenschaften besitzen als die Polyether.

Die Quaternierung wird in an sich bekannter Weise vorgenommen durch Umsetzen der gegebenenfalls in Alkohol oder Alkohol-Wasser-Gemischen gelösten oder suspendierten Polyether mit bekannten Alkylierungsmitteln, wie Dimethylsulfat oder Diethylsulfat; p-Toluolsulfonsäurealkylestern, z.B. p-Toluolsulfonsäuremethylester; Alkylhalogeniden, z.B. Methyljodid oder Ethylbromid; Chloracetamid, Halogencarbonsäuresalzen, Halogencarbonsäureestern, Alkansulfonen oder Benzylchlorid.

Dabei ist es nicht erforderlich, den Polyether vollständig zu quaternieren, sondern es ist technisch besonders günstig 0 - 20 % der basischen Stickstoffatome des Polyethers zu quaternieren.

- 5 Die Mengen, in denen die erfindungsgemäß zu verwenden-
den Polyether den Nachbehandlungsbädern zugesetzt wer-
den, können in weiten Grenzen schwanken. Im allgemei-
nen hat sich ein Zusatz von 0,05 - 2 %, vorzugsweise
0,1 - 1 %, Gewichtsprozent, bezogen auf das Gewicht
10 der Fasermaterialien, bewährt.

- Die Nachbehandlung des Textilmaterials wird zweckmäßig
in der Weise durchgeführt, daß man das Material, das
bereits filzfrei ausgerüstet und gefärbt wurde, in
eine wäßrige Flotte einbringt, die die erfindungsgemäß
15 zu verwendenden Polyether enthält und einen pH-Wert
zwischen 6 und 9, bevorzugt 7 - 8, aufweist. Man stei-
gert die Temperatur des Behandlungsbades im Verlauf
von 20 - 30 Minuten auf 50 - 80°C und beläßt sie wäh-
rend 5 - 15 Minuten dabei. Anschließend wird das Mate-
20 rial mit kaltem Wasser gespült, entwässert und getrock-
net.

- Die Nachbehandlung kann, wie oben beschrieben, nach
dem Ausziehverfahren oder auch kontinuierlich oder
halbkontinuierlich durch Foulardieren oder Sprühen
25 mit anschließender Hitzeeinwirkung erfolgen.

Die Filzfreiausrüstung kann nach verschiedenen bekannten Verfahren erfolgen, z.B. nach dem HERCOSETT-Verfahren. Bei diesen auch als Superwash-Ausrüstung bekannten Verfahren handelt es sich um Chlorierungsverfahren und
5 um Verfahren, bei denen die Faser mit einem Harz, z.B. einem Polyurethan-, Polyacryl-, Melamin-, Polyalkylenimin/Epichlorhydrin- oder Polyamid/Epichlorhydrin-Harz behandelt wird.

Verfahren dieser Art sind beispielsweise beschrieben
10 bei M. Bahra, Zeitschrift für die gesamte Textilindustrie, 1964, Nr. 6, S. 519 - 522; G. Meier, textilpraxis international, 1975, Heft 1, S. 76 - 79, und Heft 3 S. 304 - 306; R.R.D. Holt, Journal of the Society of Dyers and Colourists, 1975, Nr. 2, S. 38 -
15 44.

Die Wirkung der erfindungsgemäß zu verwendenden Polyether kann von Fall zu Fall durch Mitverwendung von nichtionogenen, kationaktiven oder amphoteren, grenzflächenaktiven Substanzen noch erhöht werden. Solche
20 Substanzen sind beispielsweise Ethylen- und/oder Propylenoxid-Addukte von Fettaminen, die quaterniert und/oder sulfatiert sein können. Sie sind dem Fachmann als Egalisierhilfsmittel für Wollfarbstoffe bekannt.

Die Einsatzmenge solcher Produkte beträgt 50 - 100 %, bevorzugt 70 - 80 %, der Menge der erfindungsgemäß zu
25 verwendenden Polyether.

5 Mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens werden die Echtheitseigenschaften, besonders die Naßechtheiten wie die Schweißechtheit nach IWS-TM 174 (Prüfmethode für alkalische Schweißechtheit) und die Waschechtheit nach IWS-TM 193 (Prüfmethode für Waschechtheit) erheblich verbessert.

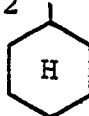
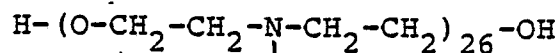
10 Als Farbstoffe kommen die üblicherweise für das Färben von keratinhaltigen Fasern verwendeten Farbstoffe, z.B. Säurefarbstoffe, 1:2-Metallkomplexfarbstoffe, die als wasserlöslichmachende Gruppen wie Sulfonsäure- oder Carbonsäuregruppen oder auch Sulfonamid- oder Alkylsulfonreste enthalten können, sowie Reaktivfarbstoffe in Frage. Sie sind im Colour Index näher beschrieben. Solche Farbstoffe, die sonst gute Echtheitseigenschaften be-
15 sitzen, ergeben auf filzfrei ausgerüsteten, keratinhaltigen Materialien - besonders bei tiefen Farbtönen - weniger echte Färbungen.

20 Es wurde überraschenderweise gefunden, daß die verschlechterten Echtheitseigenschaften dieser Färbungen ein verblüffend hohes Echtheitsniveau erhalten, wenn sie mit den erfindungsgemäß zu verwendenden Polyethern nachbehandelt werden.

25 Die in den Beispielen und Herstellungsvorschriften angegebenen Teile sind, wenn nicht anders vermerkt, Gewichtsteile. Die angegebenen Farbstoffnummern beziehen sich auf die Angaben in Colour Index, 3. Auflage, Band 5 (1971).

Herstellung der in den Beispielen verwendeten Polyether.

Polyether A



1500 Teile Di-ß-hydroxyethylcyclohexylamin wurden in
5 Gegenwart von 15 Teilen H_3PO_3 3 Stunden unter Stickstoff
bei 220 - 230°C kondensiert. Anschließend wurde die
Reaktionsmischung zum Entfernen der flüchtigen Bestand-
teile 1 Stunde unter vermindertem Druck (12 mmHg) auf
220°C erhitzt. Der als Rückstand anfallende Polyether
10 stellt einen gelben wasserunlöslichen Sirup dar (mitt-
leres Molekulargewicht: 4460, OH-Zahl: 25).

Polyether B

Die Lösung von 150 Teilen Polyether A in 200 Volumen-
teilen Methanol wurde in der Siedehitze mit 82 Teilen
15 Dimethylsulfat (0,75 Mol Dimethylsulfat je Mol basi-
scher Aminogruppe) versetzt. Die Reaktionsmischung
wurde 3 Stunden unter Rückfluß erhitzt. Anschließend
wurde das Lösungsmittel im Vakuum destilliert. Das
Quaternierungsprodukt bleibt als gelber wasserlösli-
20 cher Sirup zurück.

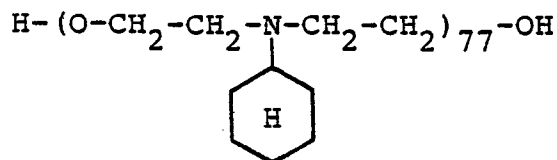
Polyether C

Polyether C wurde analog Polyether B hergestellt, nur wurden zur Quaternierung statt der 82 Teile Dimethylsulfat nur 54 Teile Dimethylsulfat (0,5 Mol Dimethylsulfat je Mol basischer Aminogruppe) verwendet. Das Quaternierungsprodukt bleibt als ein gelber wasserlöslicher Sirup zurück.

Polyether D

Ausgangsprodukt:

Zunächst wurden 500 Teile N,N-Di-(β -hydroxyethyl)-N-cyclohexylamin in Gegenwart von 7,5 Teilen H_3PO_3 analog zur Herstellung des Polyethers A zu einem Polyether mit einer OH-Zahl 8,6 entsprechend einem mittleren Molekulargewicht 13 000 kondensiert. Der Polyether läßt sich durch die Formel

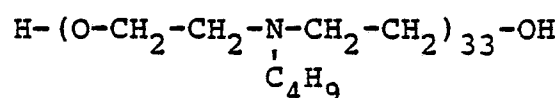


beschreiben.

85 Teile dieses Polyethers wurden in 80 Volumenteilen Methanol suspendiert und in der Siedehitze mit 19 Teilen Dimethylsulfat (0,3 Mol Dimethylsulfat je Mol basischer Aminogruppe) versetzt. Nach zweistündigem Erhitzen auf Rückflußtemperatur wurde das Lösungsmittel

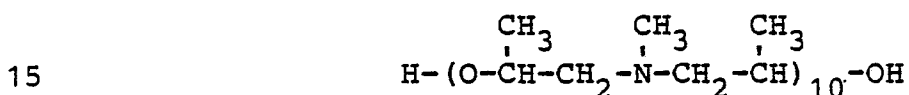
tel abdestilliert. Der quaternierte Polyether wurde in Form eines gelben wasserlöslichen Sirups erhalten.

Polyether E



- 5 1900 Teile N,N-Di-(β-hydroxyethyl)-N-butylamin wurden in Gegenwart von 19 Teilen H_3PO_3 unter Stickstoff 9 Stunden bei 200°C kondensiert. Anschließend wurde die Reaktionsmischung zum Entfernen der flüchtigen Bestand-
- 10 teile 2 Stunden unter vermindertem Druck (12 mmHg) auf 200°C erhitzt. Der als Rückstand anfallende Polyether stellt ein wasserunlösliches, leicht rötlich gefärbtes viskoses Öl dar (mittleres Molekulargewicht: 5000; OH-Zahl: 22).

Polyether F



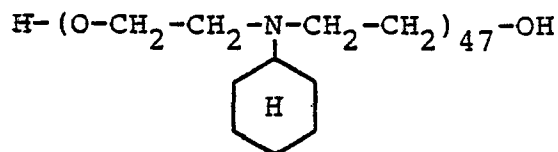
- 700 Teile N,N-Di-(β-hydroxypropyl)-N-methylamin wurden in Gegenwart von 10,5 Teilen H_3PO_3 unter Stickstoff 6 Stunden bei 220°C kondensiert. Anschließend wurde die Reaktionsmischung zum Entfernen der flüchtigen Bestandteile 1 Stunde unter vermindertem Druck
- 20 (12 mmHg) auf 220°C erhitzt. Der als Rückstand anfal-

lende Polyether stellt ein schwach rötlich gefärbtes wasserlösliches Öl dar (mittleres Molekulargewicht: 1340; OH-Zahl: 84).

Polyether G

5 **Ausgangsprodukt:**

Zunächst wurden 500 Teilen N,N-Di-(β-hydroxyethyl)-N-cyclohexylamin in Gegenwart von 7,5 Teilen H_3PO_3 analog zur Herstellung des Polyethers A zu einem Polyether mit einer OH-Zahl 14 entsprechend einem mittleren Molekulargewicht 8000 kondensiert. Der Polyether läßt sich durch
10 die Formel



beschreiben.

Die Lösung von 338 Teilen dieses Polyethers in 400 Volumenteilen Methanol wurde in der Siedehitze mit 151
15 Teilen Chlorameisensäuremethylester verestert (0,8 Mol Chlorameisensäureester je Mol basischer Aminogruppe). Nach 3-stündigem Erhitzen auf Rückflußtemperatur wurde das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Das Quaternierungsprodukt wurde in Form eines wasserlöslichen
20 gelblichen Öls erhalten.

Polyether H

Ausgangsprodukt:

1800 Teile N,N-Di-(β -hydroxyethyl)-N-cyclohexylamin,
200 Teile 2,2-Di- $\overline{4}$ -(β -hydroxyethoxy)-phenyl $\overline{7}$ -propan
5 wurden in Gegenwart von 20 Teilen H_3PO_3 5 Stunden unter
Stickstoff bei 220 - 230°C kondensiert. Anschließend
wurde die Reaktionsmischung zum Entfernen der flüchtigen
Bestandteile 1 Stunde unter vermindertem Druck (12
mmHg) auf 220°C erhitzt. Der als Rückstand anfallende
10 Polyether stellt einen gelben Sirup dar (mittleres Molekulargewicht: 8000; OH-Zahl: 14; Gehalt an basischen
Aminogruppen: 5,16 Äquivalente/kg Polyether).

Die Lösung von 300 Teilen des Polyethers in 300 Volumenteilen Methanol wurde in der Siedehitze tropfenweise
15 se mit 158 Teilen Dimethylsulfat versetzt (0,8 Mol Dimethylsulfat je Mol basischer Aminogruppe). Die Reaktionsmischung wurde 2 Stunden auf Rückflußtemperatur
erhitzt. Anschließend wurde das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Das Quaternierungsprodukt bleibt
20 als ein schwach gelblicher wasserlöslicher Sirup zurück.

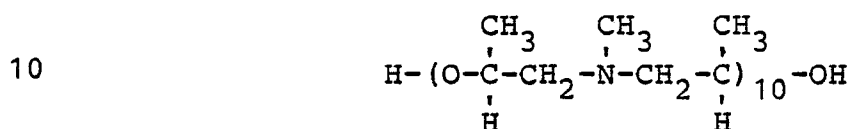
Polyether I

Ausgangsprodukt 1:

1385 Teile N,N-Di-(β -hydroxypropyl)-N-methylamin wurden
25 den in Gegenwart von 62 Teilen H_3PO_3 5 Stunden unter

Stickstoff bei 210 - 220°C kondensiert. Anschließend wurde die Reaktionsmischung zum Entfernen der flüchtigen Bestandteile 1 Stunde unter vermindertem Druck (12 mmHg) auf 210°C erhitzt. Der als Rückstand anfallende
 5 Polyether stellt ein schwach rötliches viskoses wasserlösliches Öl dar (mittleres Molekulargewicht: 1290; OH-Zahl: 86; Gehalt an basischen Aminogruppen: 7 Äquivalente/kg Polyether).

Der Polyether läßt sich durch die Formel



beschreiben.

Ausgangsprodukt 2:

710 Teile dieses Polyethers und 710 Teile N,N-Di-(β-hydroxyethyl)-N-cyclohexylamin wurden in Gegenwart
 15 von 15 Teilen H₃PO₃ 10 Stunden unter Stickstoff bei 220°C kondensiert. Anschließend wurde die Reaktionsmischung zum Entfernen der flüchtigen Bestandteile 3 Stunden unter vermindertem Druck (12 mmHg) auf 220°C
 20 erhitzt. Der als Rückstand anfallende Mischpolyether stellt einen wasserunlöslichen, orangefarbenen Sirup dar (mittleres Molekulargewicht: 6150; OH-Zahl: 18; Gehalt an basischen Aminogruppen: 6,8 Äquivalente/kg Polyether).

- Die Lösung von 500 Teilen des Mischpolyethers in 500 Volumenteilen Methanol wurde in der Siedehitze tropfenweise mit 128 Teilen Dimethylsulfat versetzt (0,3 Mol Dimethylsulfat je Mol Aminogruppe). Die Reaktions-
- 5 Mischung wurde 6 Stunden auf Rückflußtemperatur erhitzt. Anschließend wurde das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Das Quaternierungsprodukt bleibt als ein wasserlöslicher gelber Sirup zurück.

Polyether K

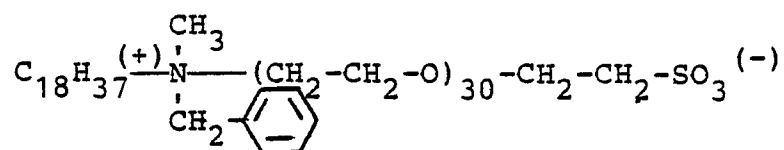
- 10 Ausgangsprodukt:
360 Teile N,N-Di-(β -hydroxyethyl)-N-cyclohexylamin und 40 Teile Triethanolamin wurden in Gegenwart von 1,5 Teilen H_3PO_3 5 Stunden unter Stickstoff bei 220°C kondensiert. Anschließend wurde die Reaktionsmischung zum
- 15 Entfernen der flüchtigen Bestandteile 1 Stunde unter vermindertem Druck (12 mmHg) auf 170°C erhitzt. Der als Rückstand anfallende verzweigte Mischpolyether stellt einen schwach gelblich gefärbten wasserunlöslichen Sirup dar (OH-Zahl: 108; Gehalt an basischen
- 20 Aminogruppen: 6,3 Äquivalente/kg Polyether).

- 200 Teile des Polyethers wurden in 300 Volumenteilen Methanol suspendiert und in der Siedehitze mit 79 Teilen Dimethylsulfat versetzt (0,5 Mol) Dimethylsulfat je Mol Aminogruppe). Nach 3-stündigem Erhitzen auf
- 25 Rückflußtemperatur wurde das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Der quaternierte Polyether wurde in Form eines wasserlöslichen Sirups erhalten.

Beispiel 1

Garne aus Wolle, die mit HERCOSETT 57 "Superwash" ausgerüstet wurden (Chlorierung und Behandlung mit einem Adipinsäure/Diethylentriamin-Epichlorhydrin-Umsetzungs-
 5 produkt), werden im Flottenverhältnis von 1:20 bei Raumtemperatur während 15 Minuten mit einer Färbeflotte behandelt, die im Liter

- 1,0 g des Farbstoffes C.I. Acid Blue 49
 (= Nr. 62 095)
 10 2,0 g Natriumsulfat kalz.
 1,5 g Essigsäure (60 %)
 0,5 g des Egalisierhilfsmittels folgender Formel



enthält.

- 15 Man erhitzt das Färbegrad innerhalb von 60 Minuten zum Kochen und färbt während 60 Minuten bei dieser Temperatur. Anschließend wird die Färbung gespült und bei 50°C während 20 Minuten mit einer Flotte nachbehandelt, die im Liter

- 20 0,15 g des Polyethers B
 0,15 g des für das Färben verwendeten, amphoteren Egalisierhilfsmittels und
 0,25 g einer 25 %igen Ammoniaklösung

enthält (pH = ca. 8). Dann wird die Färbung gespült, entwässert und getrocknet.

5 Die Echtheitsprüfungen, die bei dieser nachbehandelten Färbung durchgeführt werden, zeigen, daß das Echtheitsniveau durch die Nachbehandlung wesentlich verbessert wurde, so daß die IWS-Spezifikationen (IWS-TM 193, IWS-TM 174) ohne weiteres erreicht sind.

Beispiel 2

10 Man färbt die HERCOSETT-ausgerüsteten Wollgarne wie in Beispiel 1 beschrieben und behandelt sie anschließend bei 50°C während 15 Minuten mit einer Flotte, die im Liter

15 0,2 g des Polyethers A
0,15 g des in Beispiel 1 beschriebenen Egalisierungshilfsmittels
0,25 g einer 25 %igen Ammoniak-Lösung

enthält. Anschließend wird die Färbung gespült, entwässert und getrocknet.

20 Man erhält auf diese Weise eine wesentliche Verbesserung der Echtheitseigenschaften der Färbung.

Beispiel 3

Wollkammzüge, die vorher mit HERCOSETT 57 ausgerüstet

wurden, werden in einem Flottenverhältnis von 1:10 bei Raumtemperatur in ein Färbebad eingebracht, das im Liter

- 5 1 g des Farbstoffes C.I. Acid Red 296
 (= Nr. 15 675)
 1 g Natriumsulfat kalz.
 2,5 g Essigsäure (60 %)
 0,6 g des in Beispiel 1 verwendeten Egalisierhilfs-
 mittels
- 10 enthält. Anschließend wird die Färbeflotte innerhalb von 60 Minuten zum Kochen erhitzt und 60 Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Nach dem Spülen wird die Färbung bei 50°C während 15 Minuten mit einer Flotte nachbehandelt, die im Liter
- 15 0,4 g des Polyethers D
 0,4 g des in Beispiel 1 beschriebenen Egalisier-
 hilfsmittels
- 20 enthält. Anschließend wird die Färbung gespült, entwässert und getrocknet. Die Färbung weist ein wesentlich erhöhtes Echtheitsniveau auf.

Beispiel 4

Auf Spulen aufgewickelter, filzfrei ausgerüstetes Wollgarn wird in einem Flottenverhältnis von 1:15, wie in

Beispiel 1 beschrieben, gefärbt, jedoch unter Verwendung einer Färbeflotte, die im Liter

- 5 1,6 g des Farbstoffes C.I. Acid Green 50
 (= C.I. 44 090)
 0,75 g Natriumsulfat kalz.
 2,0 g Essigsäure (60 %)
 0,5 g des Umsetzungsproduktes aus 1 Mol N-Methyl-
 stearylamin und 30 Mol Ethylenoxid

enthält.

- 10 Nachbehandlung erfolgt wie in Beispiel 1 beschrieben.
 Die so erhaltene Färbung weist sehr gute Echtheits-
 eigenschaften auf.

Beispiel 5

- 15 Mit HERCOSETT 57 ausgerüstete Wollgarnstränge werden
 bei Raumtemperatur im Flottenverhältnis von 1:25 in
 eine Färbeflotte eingebracht, die im Liter

- 1,2 g des roten Farbstoffes der FR-PS 1 389 345,
 Beispiel 1
 1,0 g Natriumsulfat kalz.
20 2,0 g Essigsäure (60 %)
 0,4 g eines Hilfsmittelgemisches bestehend aus
 50 Teilen des Umsetzungsproduktes aus 1 Mol
 N-Methyl-stearylamin und 20 Mol EO und

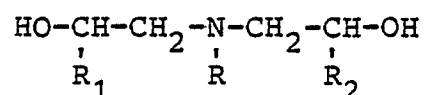
50 Teilen des Umsetzungsproduktes aus 1 Mol
N-Methyl-stearylamin und 35 Mol EO

enthält. Man verfährt sowohl beim Färben als auch beim
Nachbehandeln wie in Beispiel 1 beschrieben, jedoch mit
5 dem Unterschied, daß man bei der Nachbehandlung anstelle
des Polyethers B 0,14 g des Polyethers K einsetzt.

Auch hierbei erzielt man eine wesentliche Verbesserung
der Echtheitseigenschaften der Färbung.

Patentansprüche

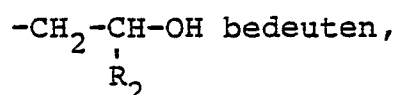
1. Verfahren zur Nachbehandlung von gefärbten, filz-
frei ausgerüsteten keratinhaltigen Fasermaterialien
mit wäßrigen Flotten, dadurch gekennzeichnet, daß
5 die Flotten Polyether enthalten, die durch Kondensation von N-2-Hydroxyalkylaminen der Formel



in der

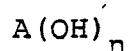
- 10 R_1 und R_2 unabhängig voneinander Wasserstoff oder einen C_1 - C_4 -Alkylrest und

R einen C_1 - C_{15} -Alkyl-, Cycloalkyl-, Aralkyl- oder Arylrest oder eine der Hydroxyalkylgruppen $-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{OH}$ oder



- 15 mit der Maßgabe, daß die Menge an N-2-Hydroxyalkylaminen, in denen R für eine Hydroxyalkylgruppe steht, nicht mehr als 20 Gewichtsprozent der eingesetzten Hydroxyalkylamine beträgt,

- 20 gegebenenfalls durch Co-Kondensation mit Polyolen der Formel



in der

5 A einen 2-, 3- oder 4-wertigen aliphatischen, cycloaliphatischen, araliphatischen oder aromatischen Rest bedeutet und

n eine Zahl von 2 bis 4 ist,

und gegebenenfalls durch Quaternierung erhalten werden.

- 10 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Polyether ein Molekulargewicht von 500 - 20 000 haben.
- 15 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Polyether aus N-2-Hydroxyalkylaminen der Formel des Anspruchs 1, worin R für C₁-C₄-Alkyl oder Cyclohexyl und R₁ und R₂ für Wasserstoff oder Methyl stehen, hergestellt werden.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Flotten 0,05 - 2 Gew.-% des Polyethers enthalten.
- 20 5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Flotten neben dem Polyether ein nicht-ionogenes kationaktives oder amphoterer Egalisierhilfsmittel für Wolle enthalten.