

 EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

 Anmeldenummer: **82101358.8**

 Int. Cl.³: **D 06 P 3/872**
D 06 P 3/14

 Anmeldetag: **23.02.82**

 Priorität: **27.02.81 DE 3107367**

 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
15.09.82 Patentblatt 82/37

 Benannte Vertragsstaaten:
AT CH DE IT LI

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

 Erfinder: **Roth, Kurt**
Breckenheimer Strasse 35
D-6238 Hofheim am Taunus(DE)

 Erfinder: **Ong, Sienling, Dr.**
Jahnstrasse 38
D-6238 Hofheim am Taunus(DE)

 Erfinder: **Karsunky, Ulrich**
Fliederweg 12
D-6257 Hünfelden(DE)

 **Verfahren zum Kolorieren von Mischmaterialien aus Polyester- und Keratinfasern.**

 Durch Einsatz vorwiegend nicht-ionisch formierter Dispersionsfarbstoffe und Fixierung der Reaktivfarbstoffe unter Zuhilfenahme von Glycerin und/oder Harnstoff sowie geringen Mengen Natriumformiat, gegebenenfalls in Verbindung mit synthetischen Verdickern, lassen sich unter HT-Bedingungen mit Kombinationen aus diesen beiden Farbstoffklassen gleichzeitig Klotzfärbungen oder Drucke auf textilen Artikeln aus Polyesterfaser-/Wolle-Mischungen mit guten Echtheitseigenschaften und guter Auswaschbarkeit der nicht fixierten Farbstoffe erzielen.

Gegenüber den bekannten Arbeitsweisen zur Fixierung solcher Farbstoff-Mischungen erfordert das neuartige Verfahren vorteilhaft keine zweistufige Fixierbehandlung.

Druckfarben aus diesen beiden Farbstoffklassen unter Verwendung von synthetischen Verdickungsmitteln sowie den elektrolytarmen Flüssigeinstellungen von Reaktivfarbstoffen zeigen gute Haltbarkeit.

Verfahren zum Kolorieren von Mischmaterialien aus Polyester- und Keratinfasern

Mischmaterialien aus Polyester- und Keratinfasern, insbesondere Wolle, haben in der Färberei eine große Bedeutung für Oberbekleidung erlangt. In der Druckerei spielen sie hingegen nur eine untergeordnete Rolle, da
5 die Übertragung der bisher bekannten Druckverfahren auf diese Materialien noch nicht befriedigen.

Aus der DE-OS 28 00 600 ist ein Verfahren zum Bedrucken von Keratin-Polyester-Faserflächengebilden bekannt, bei
10 dem das Material mit einer Mischung aus einem Dispersionsfarbstoff und einem Reaktivfarbstoff bedruckt wird, wobei die Druckpasten Glycerin und/oder Harnstoff enthalten können. Die Fixierung der Drucke erfordert ein Zweistufenverfahren, bei dem das bedruckte Material zunächst mit
15 Niedertemperaturdampf und anschließend mit Hochtemperaturdampf bei im wesentlichen Atmosphärendruck behandelt wird.

Es wurde nun gefunden, daß die zweistufige Fixierbehandlung
20 durch eine übliche Hochtemperaturfixierung ersetzt werden kann, wenn die Zubereitungen als Hilfsmittel ein Salz der Ameisensäure enthalten.

Die Erfindung betrifft daher ein Verfahren zum Kolorieren
25 von Mischmaterialien aus Polyester- und Keratinfasern durch Klotzen oder Bedrucken mit Zubereitungen, die Dispersions- und Reaktivfarbstoffe sowie Glycerin und/oder Harnstoff enthalten und eine anschließende Hochtemperaturfixierung, das dadurch gekennzeichnet ist, daß die
30 Fixierung in Gegenwart eines Alkalisalzes der Ameisensäure erfolgt.

Im folgenden werden bevorzugte Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Verfahrens näher erläutert:

Die erfindungsgemäß zu kolorierenden Mischmaterialien
enthalten zwischen etwa 90 und 50 Gew.-% synthetische
lineare Polyester und im übrigen Keratinfasern wie Schaf-,
Angora-, Mohair-, Lama- oder Alpakawolle . Andere Fasern
5 können in untergeordnetem Ausmaß enthalten sein.

Als Dispersionsfarbstoffe kommen die für das Färben von
Fasermaterialien aus linearen Polyestern hinlänglich be-
kannten Produkte in Betracht, beispielsweise solche aus
10 der Reihe der Azo- oder Anthrachinonfarbstoffe. Bevorzugt
werden die Dispersionsfarbstoffe als Zubereitungen mit
nicht-ionischen Tensiden eingesetzt, wie sie beispiels-
weise aus der EP-OS 13 576 bekannt sind. Diese elektrolyt-
armen Einstellungen sind vor allem beim Einsatz synthe-
15 tischer Verdickungsmittel vorteilhaft.

Als Reaktivfarbstoffe kommen solche organischen Farbstoffe
in Betracht, die mindestens eine mit der Keratinfaser
reaktionsfähige Gruppe, eine Vorstufe hierfür oder einen
20 mit der Keratinfaser reaktionsfähigen Substituenten ent-
halten. Als Grundkörper dieser organischen Farbstoffe
eignen sich besonders solche aus der Reihe der Anthrachinon-,
Azo- und Phthalocyaninfarbstoffe, wobei die Azo- und
Phthalocyaninfarbstoffe metallfrei oder metallhaltig
25 sein können.

Als Verdickungsmittel für die Klotzflotten und Druckpasten
können die üblichen Alginat-, Stärkeether- oder Johannis-
brotkernmehlether-Verdickungen sowie Schwerbenzinemulsionen
30 eingesetzt werden. Die Auswaschbarkeit der Klotzfärbungen
und Drucke wird jedoch verbessert, wenn man als Ver-
dickungsmittel Carboxygruppen enthaltende Polymerisations-
produkte einsetzt. Solche Verbindungen sind beispielsweise
aus der DE-AS 25 51 432 bekannt. Von diesen synthetischen
35 Verdickungsmitteln werden in Druckfarben im allgemeinen
0,5 - 5, vorzugsweise 1 bis 2 Gew.-% eingesetzt. Der Zusatz
konventioneller Verdickungs- oder Bindemittel ist möglich,
aber nicht erforderlich.

Beim Arbeiten mit konventionellen Verdickungsmitteln bzw. mit Emulsionsverdickungen können die Salze der Ameisensäure der Klotzflotte bzw. Druckfarbe zugegeben werden. Beim Drucken mit synthetischen Verdickungsmitteln ist es
5 zweckmäßig, den Druckpasten nur die Farbstoffe und das Glycerin bzw. Harnstoff zuzusetzen und die Ware mit 2 bis 10 g/l Salz der Ameisensäure zu klotzen und zu trocknen. Bei dieser Arbeitsweise kommt man mit geringen Mengen an Verdickungsmitteln aus, weil die Viskosität der Druck-
10 paste nicht durch das Salz der Ameisensäure verringert wird. Wenn man diese zweistufige Arbeitsweise vermeiden will, erhöht man zweckmäßig die Einwaage an Verdickungsmittel um etwa 20 - 40 Gew.-%. Das Salz der Ameisensäure wird in diesem Falle zweckmäßig als wäßrige Lösung eingesetzt, beispielsweise im Gewichtsverhältnis 1:9 mit Wasser.
15 verdünnt. Als Alkalisalz der Ameisensäure wird Natriumformiat bevorzugt.

Aus der DE-PS 24 05 057 ist es bekannt, Alkalisalze der
20 Ameisensäure als Hilfsmittel beim Klotzen oder Bedrucken von Mischmaterialien aus Cellulose- und Polyesterfasern einzusetzen. Hierfür sind jedoch relativ große Mengen an Formiat erforderlich (in den Beispielen dieser PS 2 bzw. 3 Gew.-%). Beim erfindungsgemäßen Verfahren genügen
25 geringere Mengen im Bereich von etwa 0,2 bis 1 Gew.-%.

Glycerin und/oder Harnstoff werden in den üblichen Mengen von etwa 0,5 bis 5 Gew.-% den Klotzflotten oder Druckpasten zugesetzt.

30 Die Fixierung der Drucke oder Färbungen erfolgt mit überhitztem Dampf oder Heißluft bei Temperaturen von etwa 160 bis 210°C. Die Dampfbehandlung dauert etwa 5 bis 15 Min. und die Heißluftbehandlung etwa 40 bis 180 Sekunden.

35 Die Fertigstellung der fixierten Drucke oder Färbungen erfolgt in üblicher Weise durch Spülen, Seifen mit einem

nicht-ionischen Hilfsmittel, beispielsweise einem Fettsäure-Polyglykolester in neutralem Medium, nochmaliges Spülen und Trocknen.

- 5 In den folgenden Beispielen beziehen sich Teile und Prozentangaben auf das Gewicht.

- 10 Sofern die eingesetzten Farbstoffe nicht durch die Colour Index-Nr. (gemäß der 3. Auflage) definiert sind, wurden sie durch einen Buchstaben gekennzeichnet, der die in der Tabelle wiedergegebene Formel bezeichnet.

Beispiel 1

Man bedruckt ein chloriertes Mischgewebe aus 85 % Polyesterfasern und 15 % Wolle im Rouleauxdruck mit einer Druckpaste, die wie folgt hergestellt wird:

5

Eine Mischung aus

40 Teilendes gemäß Beispiel 1 der EP-OS 13 576 nicht-ionisch formierten roten Dispersionsfarbstoffs der Formel A und

10 40 Teilen der flüssigen Handelsform von C.I.17757 (Reactive Orange 16) wird mit

420 Teilen kaltem Wasser verdünnt. Diese Lösung wird in 500 Teile einer Stammverdickung eingerührt, die 657 Teile Wasser,

15 5 Teile eines handelsüblichen Sequestrierungsmittels,

18 Teile eines hochviskosen Natriumalginats,

15 Teile eines Stärkeethers,

10 Teile Natrium-m-nitrobenzolsulfonat

5 Teile eines Kondensationsproduktes von Polyethylen-
20 glykol mit dem mittleren Molgewicht 2000 und Stearinsäure,

80 Teile Glycerin,

60 Teile einer 10%igen Lösung von Natriumformiat und

150 Teile Schwerbenzin (Siedebereich 160 bis 220°C)

25 enthält.

Die Ware wird getrocknet und 7 Min. bei 175°C mit überhitztem Dampf fixiert. Anschließend wird kalt gespült und mit 1 g/l eines Hilfsmittels auf Fettsäurepolyglykol-
30 ester-Basis bei 40, 60 und 80°C nachbehandelt, gespült und getrocknet. Man erhält ein brillantes Scharlach mit guten Wasser-, Wasch- und Schweißechtheiten.

Beispiel 2

35 Man bedruckt eine chlorierte Maschenware aus 70 %

Polyesterfasern und 30 % Wolle mit einer Druckpaste, die wie folgt hergestellt wird:

50 Teile des gemäß Beispiel 1 der EP-OS 13 576 nicht-
ionisch formierten blauen Dispersionsfarbstoffs
B und

25 Teile des pulverförmigen blauen Reaktivfarbstoffs F
werden mit

425 Teilen Wasser von 30 bis 40°C verdünnt bzw. gelöst.

Diese Mischung wird in

500 Teile einer Stammverdickung eingerührt, die wie in
Beispiel 1 angegeben hergestellt wird, mit der
Abweichung, daß jedoch anstelle der 150 Teile
Schwerbenzin eine Mischung aus 120 Teilen eines
Umsetzungsprodukts aus 1 Mol n-Butanol mit 35 Mol
1,2-Propylenoxid (gemäß DE-OS 29 12 497) einge-
setzt wird.

Nach dem Trocknen fixiert man 10 Min. bei 170°C und be-
handelt wie in Beispiel 1 angegeben nach.

Man erhält einen blauen Druck mit guten Wasser-, Wasch-
und Schweißechtheiten.

Beispiel 3

Man bedruckt ein Mischgewebe aus 90 % Polyesterfasern und
10 % Wolle im Rouleauxdruck mit einer Druckpaste, die
wie folgt hergestellt wird:

Eine Mischung aus

40 Teilen des gemäß Beispiel 1 der EP-OS 13 576 nicht-
ionisch formierten roten Dispersionsfarbstoffs C
und

40 Teilen der flüssigen Handelsform von C.I.17 757
(Reactive Orange 16) werden mit

150 Teilen kaltem Wasser verdünnt. Diese Lösung wird in
700 Teile einer Verdickung, bestehend aus einer Mischung
aus 60 % einer 3%igen Lösung eines Ammonium-
polyacrylats vom Molgewicht 600 000 und 40 %
einer 2%igen Lösung eines Copolymerisats
aus Propylen und Maleinsäureanhydrid (Molver-

hältnis 1:1) vom Molgewicht 1 500 000 eingerührt.

Anschließend gibt man noch

40 Teile Glycerin und

30 Teile einer 10%igen Lösung von Natriumformiat zu.

5

Nach dem Trocknen fixiert man 8 Minuten bei 180°C und behandelt wie in Beispiel 1 angegeben nach.

Man erhält ein Orange mit guten Wasser-, Wasch- und

10. Schweißechtheiten.

Beispiel 4

Man klotzt mit einer Flottenaufnahme von 90 % ein

chloriertes Mischgewebe aus 80 % Polyesterfasern und

15 20 % Wolle mit einer 0,5%igen Lösung von Natriumformiat

und trocknet. Dann bedruckt man im Rouleauxdruck mit

einer Druckpaste, die wie folgt hergestellt wird:

Eine Mischung aus

20 45 Teilen des gemäß Beispiel 1 der EP-OS 13 576 nicht-ionisch formierten Farbstoffs der Formel D,

15 Teilen des ebenso nicht-ionisch formierten Farbstoffs C.I. Disperse Blue 56 (C.I. 63 285) und

25 25 Teilen der flüssigen Handelsform des blauen Reaktivfarbstoffs F (22,4 % Farbstoffgehalt) werden mit

365 Teilen kaltem Wasser verdünnt. Diese Lösung wird in

500 Teile einer 3%igen Lösung eines Natrium- oder Ammoniumpolyacrylats vom Molgewicht 3 000 000

30 eingetragen. Anschließend gibt man noch

50 Teile Glycerin zu.

Die bedruckte Ware wird getrocknet und wie in Beispiel 1 angegeben fertiggestellt. Man erhält ein tiefes

35 Marineblau mit guten Wasser-, Wasch- und Schweißechtheiten.

Beispiel 5

Man verfährt wie in Beispiel 2 angegeben, verwendet jedoch eine Mischung aus

70 Teilen des gemäß Beispiel 1 der EP-OS 13 576 nicht-ionisch formierten roten Dispersionsfarbstoffs E und

5

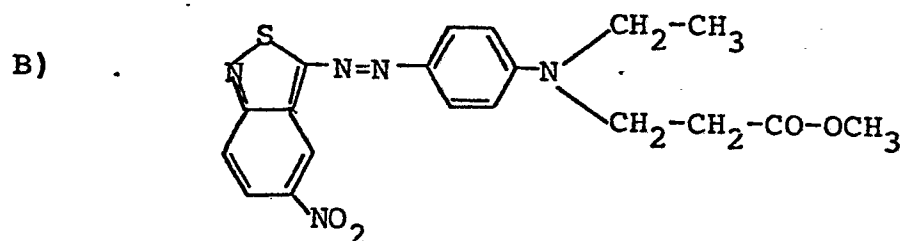
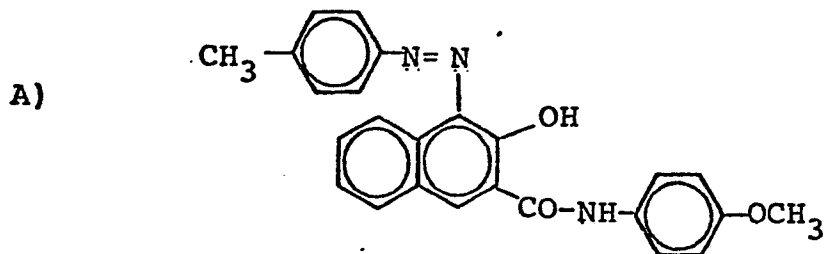
40 Teilen einer flüssigen Einstellung des roten Reaktivfarbstoffs G (Farbstoffgehalt: 17 %), verdünnt mit

390 Teilen Wasser.

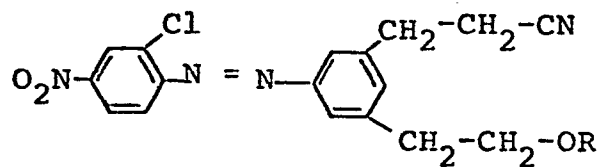
10

Man erhält ein brillantes Rot mit guten Wasser-, Wasch- und Schweißechtheiten.

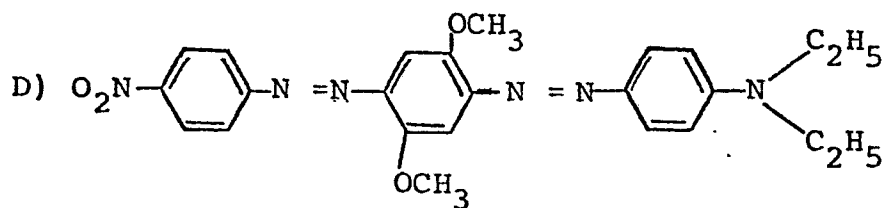
In den Beispielen eingesetzte Dispersionsfarbstoffe A bis E:



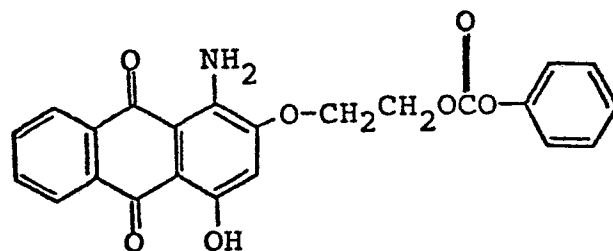
C) Mischung aus gleichen Teilen der Farbstoffe



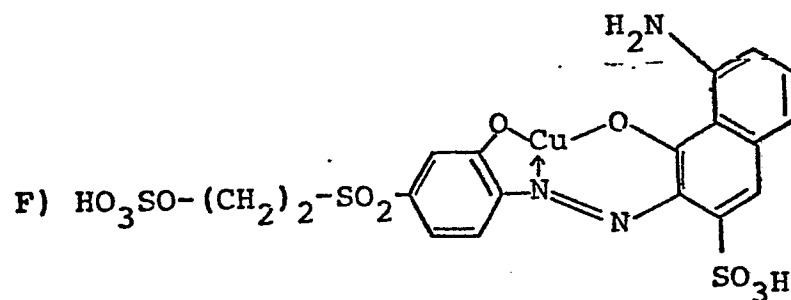
R = H bzw. -CO-CH₃



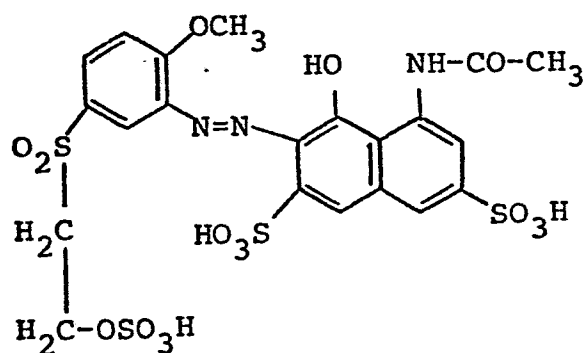
E)



In den Beispielen eingesetzte Reaktivfarbstoffe F und G



G)



PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zum Kolorieren von Mischmaterialien aus Polyester- und Keratinfasern durch Klotzen oder Bedrucken mit Zubereitungen, die Dispersions- und Reaktivfarbstoffe sowie Glycerin und/oder Harnstoff enthalten und eine anschließende Hochtemperaturfixierung, dadurch gekennzeichnet, daß die Fixierung in Gegenwart eines Alkalisalzes der Ameisensäure erfolgt.
5
- 10 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Salz Natriumformiat ist.
- 15 3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man Klotzflotten oder Druckpasten einsetzt, die pro Kilogramm oder Liter 2 bis 10 g des Salzes enthalten.
- 20 4. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Ware eine Lösung des Salzes aufklotzt und anschließend die Ware bedruckt.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0059876

Nummer der Anmeldung

EP 82 10 1358

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE																	
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. ³)														
A	INTERNATIONAL DYER & TEXTILE PRINTER, Band 163, Nr. 9, 9. Mai 1980, Seite 345, Bradford, G.B. K. ROTH: "Sodium formate - an effective fixing agent for use in printing on pes blended fabrics" * Seite 345, linke Spalte; rechte Spalte, 1. Hälfte *	1,2	D 06 P 3/872 D 06 P 3/14														
A	GB-A-1 090 005 (ICI) * Seite 7, Ansprüche 1-3, 11, 13, 14, 16, 17; Seite 1, Zeile 9 - Seite 2, Zeile 17; Seite 2, Zeile 112 - Seite 3, Zeile 25 *	1,2															
A	DE-B-2 658 063 (HOECHST) * Insgesamt *	1															
D,A	DE-A-2 800 600 (I.W.S. NOMINEE) * Insgesamt *	1	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. ³)														
D,A	DE-A-2 405 057 (HOECHST) * Insgesamt *	1	D 06 P														
A	DE-A-2 056 984 (CIBA-GEIGY) * Ansprüche 1, 3, 4, 13, 14, 15, 21; Seite 3, Absatz 2; Seite 9, letzter Absatz - Seite 10, Absatz 1; Seite 12, Absatz 2 *	1															
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.																	
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 03-06-1982															
		Prüfer DEKEIREL M. J.															
<table border="0"><tr><td>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN</td><td>E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</td></tr><tr><td>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet</td><td>D : in der Anmeldung angeführtes Dokument</td></tr><tr><td>Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie</td><td>L : aus andern Gründen angeführtes Dokument</td></tr><tr><td>A : technologischer Hintergrund</td><td></td></tr><tr><td>O : mündliche Offenbarung</td><td></td></tr><tr><td>P : Zwischenliteratur</td><td>& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</td></tr><tr><td>T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze</td><td></td></tr></table>				KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN	E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist	X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet	D : in der Anmeldung angeführtes Dokument	Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie	L : aus andern Gründen angeführtes Dokument	A : technologischer Hintergrund		O : mündliche Offenbarung		P : Zwischenliteratur	& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN	E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist																
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet	D : in der Anmeldung angeführtes Dokument																
Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie	L : aus andern Gründen angeführtes Dokument																
A : technologischer Hintergrund																	
O : mündliche Offenbarung																	
P : Zwischenliteratur	& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument																
T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze																	