



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

Veröffentlichungsnummer:

**0 060 433**  
**A1**

12

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 82101562.5

22 Anmeldetag: 01.03.82

51 Int. Cl.<sup>3</sup>: **D 06 P 1/00, D 06 P 7/00,**  
**D 06 P 3/54**  
**// C09B67/38**

30 Priorität: 14.03.81 DE 3109954

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung: 22.09.82  
Patentblatt 82/38

84 Benannte Vertragsstaaten: CH DE FR GB IT LI

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

72 Erfinder: **Kuth, Robert, Dr., Veit-Stoss-Strasse 12, D-5000 Koeln 41 (DE)**

54 Verfahren zum Färben von hydrophobem Fasermaterial.

57 Stückware aus hydrophobem Fasermaterial läßt sich unter HT-Bedingungen auch mit unformierten Dispersionsfarbstoffen färben, wenn diese Farbstoffe unter Färbebedingungen in fester Form vorliegen und eine Mindestlöslichkeit von 1 mg, vorzugsweise 5 mg, pro Liter Färbeflotte bei 130°C aufweisen, diese Farbstoffe direkt in das Färbebad eingebracht werden und die Färbemaschine sowohl die Färbeflotte als auch das zu färbende Material bewegt (z.B. Düsenfärbemaschinen).

**EP 0 060 433 A1**

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT      5090 Leverkusen, Bayerwerk  
Zentralbereich  
Patente, Marken und Lizenzen   K/bo-c

Verfahren zum Färben von hydrophobem Fasermaterial

Hydrophobe Fasermaterialien, insbesondere Polyester- und Cellulose-triacetatfasern, werden bislang bekanntlich ausschließlich mit Dispersionsfarbstoffen gefärbt, die zuvor einer aufwendigen mechanischen Feinzerkleinerung in Gegenwart von Dispergiermitteln unterworfen worden sind.

Es ist daher bereits vorgeschlagen worden, auf diese Art der Formierung zu verzichten, indem man niedrigschmelzende, unter Färbebedingungen flüssige Dispersionsfarbstoffe zusammen mit biologisch leicht abbaubaren Emulgatoren einfach vermischt (vgl. DE-OS 2 724 951 = US-PS 4 249 902). Derartige Farbstoffe sind jedoch nicht im Handel und müßten erst durch geeignete chemische Modifizierung der vorhandenen Farbstoffe gewonnen werden. Darüber hinaus sind die zu verwendenden Emulgatoren vergleichsweise relativ teuer.

Deshalb ist weiterhin vorgeschlagen worden, unformierte, hilfsmittelfreie, vorzugsweise handelsübliche

Dispersionsfarbstoffe mit bestimmter Mindestlöslichkeit in ein Depot einer Kreisfärbeapparatur einzubringen und damit Polyesterfasern unter HT-Bedingungen zu färben (vgl. EP-OS 00 13 892).

- 5 Dieses Verfahren bedarf jedoch aufwendiger Veränderungen vorhandener bzw. Entwicklung neuer Färbemaschinen. Außerdem ist die Beschaffung optimal arbeitender Depots bislang problematisch.

- 10 Aus der DE-OS 2 330 622 ist schließlich ein isothermes Verfahren zum Färben von Polyesterfasern mit Lösungen von dispergiermittellarmen bzw. -freien Dispersionsfarbstoffen bekannt geworden. Auch zur Durchführung dieses Verfahrens sind spezielle Färbeapparaturen erforderlich, da die Farbstofflösung in einem separaten Gefäß hergestellt und dann bei Färbetemperatur in das eigentliche Färbebad eingespeist werden muß. Im übrigen können
- 15 auch hierbei nur spezielle Farbstoffe mit relativ guter Wasserlöslichkeit eingesetzt werden, da anderenfalls das Flottenverhältnis zu hoch wird.

- 20 Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß man zumindest Stückware aus hydrophoben Fasermaterialien ohne Schwierigkeiten unter HT-Bedingungen in üblichen Färbeapparaten ohne zusätzliche Vorrichtungen direkt mit praktisch unformierten Dispersionsfarbstoffen färben kann, wenn diese Farbstoffe unter Färbebedingungen
- 25 in fester Form vorliegen sowie eine Mindestlöslichkeit

von 1 mg, vorzugsweise 5 mg, pro Liter Färbeflotte bei 130°C aufweisen und die Färbemaschine so eingerichtet ist, daß sowohl die Färbeflotte als auch das zu färbende Material bewegt werden.

- 5    Prinzipiell können die erfindungsgemäß zu verwendenden Farbstoffe ohne jegliche Nachbehandlung eingesetzt werden, also beispielsweise in Form des nassen Preßkuchens, wie er unmittelbar bei der Farbstoffsynthese anfällt.
- 10   Zweckmäßigerweise werden die Farbstoffpreßkuchen aber zwecks Einstellung der in der Praxis geforderten Typkonformität unter Zusatz geringer Mengen an Stellmitteln in einer schnell laufenden Rührwerksmühle homogenisiert und gegebenenfalls einem Sprühtrockner
- 15   zugeführt.

- Als Stellmittel kommen die üblichen Hilfsmittel in Betracht, die im Gegensatz zu der herkömmlichen Praxis jedoch nur in Mengen von 2 bis maximal 10 Gewichtsprozenten (bezogen auf Reinfarbstoff) dem Farbstoffpreßkuchen beigemischt werden.
- 20

Unter "Färbebedingungen" werden Temperaturen von 120 - 150°C, pH-Werte von 4 - 7 und Flottenverhältnisse von 1:5 bis 1:50 verstanden.

- Die Flottenzirkulation soll mindestens 10 l/Min., bezogen auf 1 kg Ware betragen.
- 25

Der Mindestlöslichkeit der Farbstoffe ist eine natürliche obere Grenze gesetzt, die sich aus der für Dispersionsfarbstoffe üblichen Abwesenheit von typischen, echt löslichmachenden Gruppen, insbesondere der Sulfonsäuregruppen, ergibt.

Als Färbemaschinen, die die erfindungsgemäßen Anforderungen erfüllen, kommen insbesondere im Handel befindliche Düsenfärbemaschinen sowie Hochtemperatur-Haspelkufen mit Flottenumwälzung in Betracht.

- 10 Geeignete Färbeapparate sind in "Encyclopedia of Chemical Technology" von Kirk-Othmer, 2. Ausgabe, Band 8, Seite 291 - 294; in Melliand Textilberichte 12, 1003 ff (1976) und BAYER FARBEN REVUE, Nr. 25, S. 37 ff (1975) beschrieben. Beispielhaft seien genannt:
- 15 Burlington-Hochtemperatur-Haspelkufe  
Krantz-Hochtemperatur-Haspelkufe  
Spray Jet der Firma S. Pegg & Son, Leicester, (GB)  
Gaston County Jet  
Giroflux der Firma Frères, Roanne (FR)
- 20 Turboflow der Firma Obermeier, Neustadt (DE)  
Thenjet der Firma Then, Schwäbisch Hall (DE)  
Aqualuft der Firma Gaston, County (GB)  
Subtilo der Firma Scholl (CH)  
R-Jet 95 der Firma Thies (DE)

Der Farbstoff wird im allgemeinen in Form von Pulvern, Granulaten oder wäßrigen Dispersionen bei 20 - 50°C in die Färbeflotte eingebracht, die anschließend zusammen mit der zu färbenden Stückware auf Färbetemperatur erhitzt wird. Die Aufheizzeit braucht dabei nicht gesteuert zu werden.

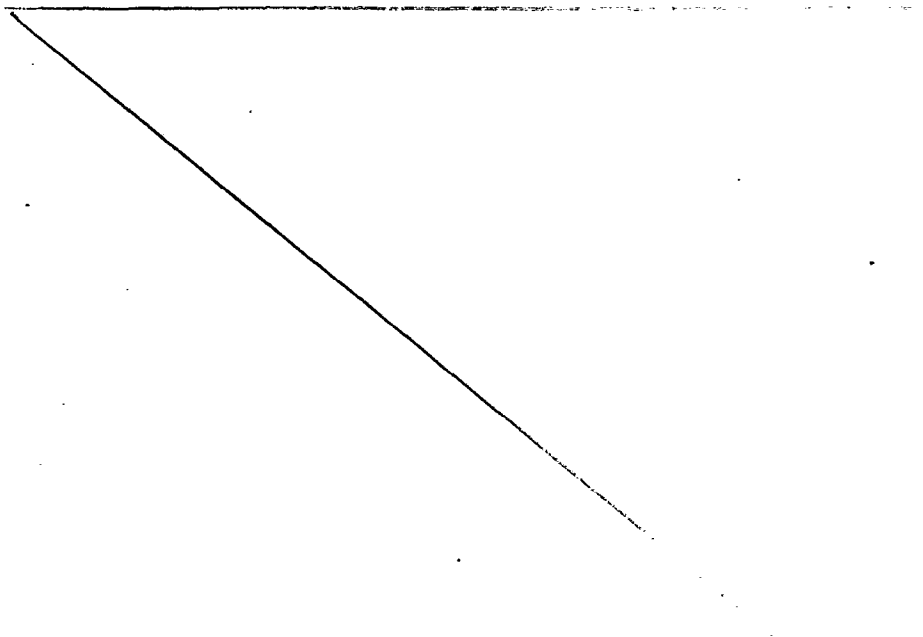
Zur Erzielung reibechter Färbungen empfiehlt es sich, die gefärbte Ware einer reduktiven Nachbehandlung zu unterwerfen. Wegen des Fehlens der üblichen Färbereihilfsmittel und Stellmittel kann diese Nachreinigung jedoch im gleichen Bad, das zuvor auf ca. 70°C abgekühlt wird, vorgenommen werden.

Das neue Verfahren weist gegenüber dem Färben mit konventionellen, dispergiermittelreichen, in Perlmühlen u.dgl. feinstzerkleinerten Farbstoffen eine Reihe von Vorteilen auf:

- 1) Kosteneinsparung durch Wegfall des Mahlprozesses.
- 2) Hilfsmittel können ganz oder zumindest größtenteils eingespart werden.
- 3) Schaumbildung im Färbebad ist praktisch ausgeschlossen.
- 4) Keine Fleckenbildung auf dem Färbematerial durch Wegfall der sonst üblichen Entschäumungsmittel.

- 5) Bessere Baderschöpfung durch das (fast) vollständige Fehlen von Hilfsmitteln.
- 6) Geringere Abwasserbelastung.
- 7) Verringerte Färbezeiten durch Wegfall der Aufheizsteuerung.
- 8) Einfachere Nachbehandlung.

Das neue Verfahren wird anhand der folgenden Beispiele näher erläutert, ohne es jedoch darauf zu beschränken.



Beispiel 1

3 g (0,6 %) des nur grob gemahlenen, ansonsten aber nicht formierten Dispersionsfarbstoffes Disperse Blue 56 (C.I. 63 285) (Wasserlöslichkeit bei 130°C: 14 mg/l; Schmp. > 200°C) werden gemeinsam mit 7 l kaltem Wasser und 500 g texturierter Polyesterwirkware in einem Mathis-Labor-Jumbo-Jet eingebracht und unter ständigem Umwälzen der Flotte mit 6 l/s und einer Warengeschwindigkeit von ca. 20 m/Min. innerhalb von 30 Minuten kontinuierlich auf 130°C aufgeheizt. Bei dieser Temperatur wird unter gleichbleibender Flotten- und Warenbewegung weitere 50 Minuten lang gefärbt, anschließend innerhalb von 20 Minuten auf 70°C abgekühlt und nach Zugabe von 3 g/l Natronlauge 38° Bé und 1,5 g/l Hydrosulfit während 10 Minuten in der gleichen Flotte reduktiv nachgereinigt. Nach Ablassen der Flotte wird mit 2 - 3 ml Essigsäure 60 %ig abgesäuert und anschließend kalt gespült. Man erhält nach dem Schleudern, Trocknen und Kalandern eine volle Blaufärbung in 1/1 RTT, die im Farbton voller als eine 2,2 %ige Färbung mit handelsüblich eingestelltem C.I. Disperse Blue 56 ist und die sich in den bekannt guten Echtheiten nicht unterscheidet.

Ersetzt man das texturierte Polyestergewirke durch entsprechende Mengen Cellulose-triacetat-Gewebe und verfährt sonst wie im Beispiel beschrieben, so erhält man Ausfärbungen mit gleich gutem Resultat.

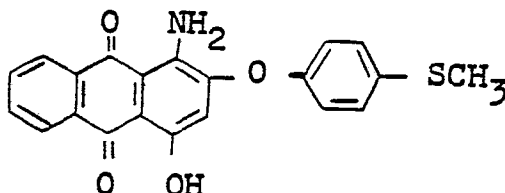


Beispiel 2

Eine Dispersionfarbstoffkombination aus

- 5 a) 37,5 mg (0,0075 %) Disperse Yellow 60 (C.I. 12 712)  
(Wasserlöslichkeit bei 130°C:  
58 mg/l) und

- b) 27,0 mg (0,0054 %) des Farbstoffes der Formel



(Wasserlöslichkeit bei 130°C:  
4 mg/l) sowie

- 10 c) 25,5 mg (0,0051 %) Disperse Blue 56 (C.I. 63 285)  
(siehe Beispiel 1)

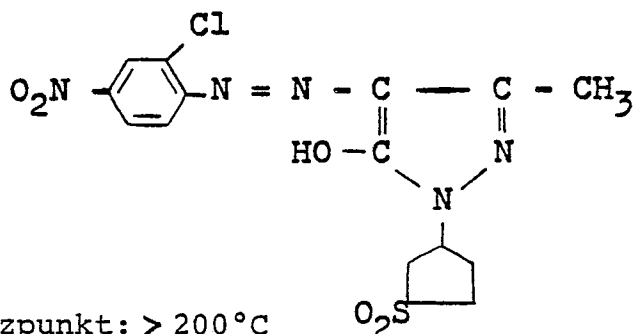
werden unter den gleichen Bedingungen wie in Beispiel  
1 beschrieben auf texturiertem Polyestermaterial ge-  
färbt. Nach dem Abkühlen auf 70°C wird die farblose  
15 Flotte ohne reduktive Zwischenreinigung der Färbung  
heiß abgelassen und das Färbegut nach dem Schleudern  
getrocknet und kalandert.

Man erhält eine absolut egale hellgraue Färbung mit  
einwandfreien Trocken- und Naßreibechtheiten.

### Beispiel 3

Eine Dispersionsfarbstoffkombination bestehend aus

- a) 4 g (0,8 %) des Farbstoffs der Formel

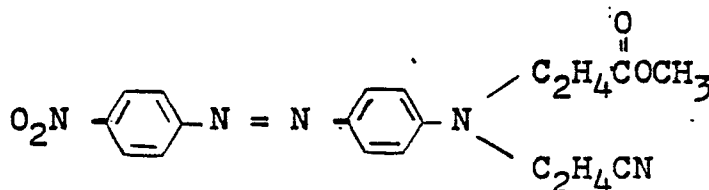


5

Schmelzpunkt:  $> 200^{\circ}\text{C}$ 

(Wasserlöslichkeit bei 130°C: 249 mg/l)

- b) 5,5 g (1,1 %) des Farbstoffs der Formel

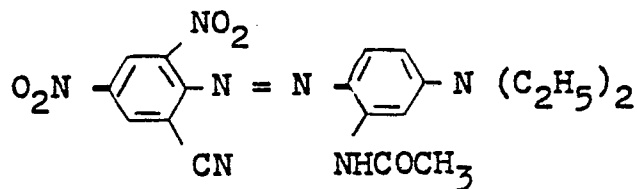


Schmelzpunkt: ca. 125°C

10

(Wasserlöslichkeit bei 130°C: 187 mg/l)

- c) 1,25 g (0,25 %) des Farbstoffs der Formel



Schmelzpunkt: ca. 205°C

(Wasserlöslichkeit bei 130°C: 5,5 mg/l)

wird wie in Beispiel 1 beschrieben gefärbt und nachbehandelt. Man erhält eine gleichmäßige, dunkelbraune Färbung mit ausgezeichneten Echtheiten.

5 Verwendet man anstelle der in den Beispielen 1 - 3 genannten Farbstoffe bzw. Farbstoffkombinationen, die in der folgenden Tabelle aufgeführten Farbstoffe, so erhält man bei im übrigen gleicher Arbeitsweise egale Färbungen mit meist etwas höheren Farbtiefen als sie mit gefinshten Dispersionsfarbstoffen bei gleicher Färbeweise  
10 se und Rohfarbstoffeinsatz erhalten werden.

(RTT = Richttyptiefe)

Tabelle

Bei- spiel	RTT in %	Konstitution	Schmelz- punkt	Wasserlös- lichkeit bei 130°C	Nuance
4	0,7		> 200°C	21mg/l	Brill. grünst. Gelb
5	0,6		ca. 130°C	35mg/l	grünst. Gelb
6	0,16		ca. 200°C	20mg/l	grünst. Gelb
7	1,95		ca. 150°C	121mg/l	neutrales Gelb

Tabelle

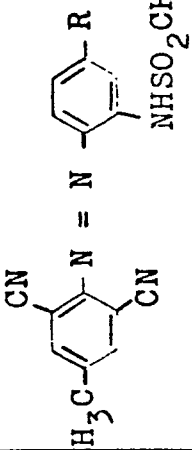
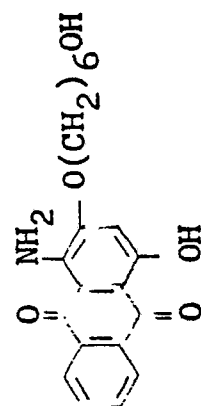
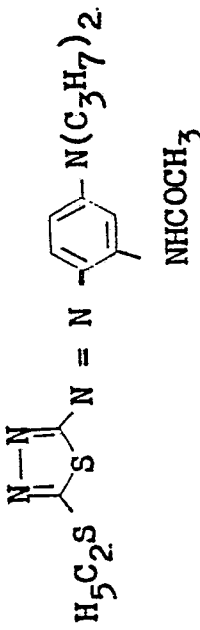
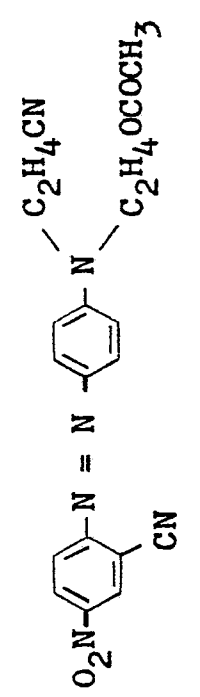
Bei- spiel	RTT in %	Konstitution	Schmelz- punkt	Wasserlös- lichkeit bei 130°C	Nuance
8	0,8		ca. 170°C	65 mg/l	Braun
9	0,7		ca. 150°C	229mg/l	Braun
10	0,7		ca. 130°C	80mg/l	Braun
11	0,7		ca. 200°C	65mg/l	Braun

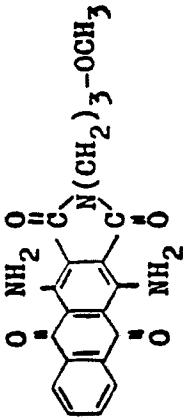
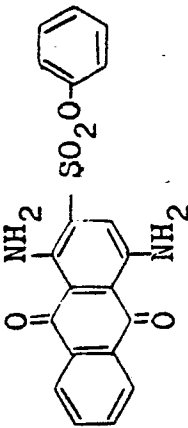
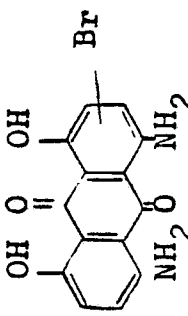
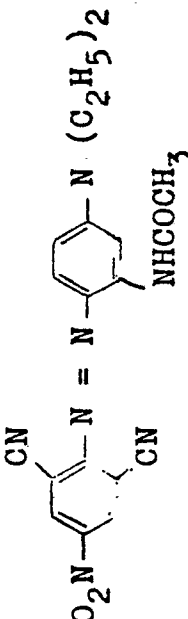
Tabelle

Le A 20 929

Bei- spiel	RTT in %	Konstitution	Schmelz- punkt	Wasserlös- lichkeit bei 130°C	Nuance
12	0,6		ca. 150°C	150mg/l	Rot
13	0,6		ca. 130°C	95mg/l	Rot
14	0,6		ca. 150°C	82mg/l	Rot
15	0,5	<p>R= 50% H 50% COCH<sub>3</sub></p>	ca. 200°C	91mg/l	Rot

Tabelle

Bei- spiel	RTT in %	Konstitution	Schmelz- punkt	Wasserlös- lichkeit bei 130°C	Nuance
16	0,9	 <p>R=70% <math>-N(C_2H_5)_2</math> 30% <math>-N(C_3H_7)_2</math></p>	ca. 200°C	30mg/l	Brillant- rot
17	1,2		ca. 150°C	102mg/l	Brillant- rot
18	0,33		ca. 120°C	75mg/l	blau- rot
19	0,53		ca. 200°C	45mg/l	Rubin

Bei- spiel	RTT in %	Konstitution	Schmelz- punkt	Wasserlös- lichkeit bei 130°C	Nuance
20	1,0		ca. 180°C	72mg/l	Brillant- blau
21	1,0		180°C	55mg/l	Blau
22	0,8		> 200°C	24mg/l	Blau
23	0,4		> 200°C	5mg/l	Blau



Tabelle

Bei- spiel	RTT in %	Konstitution	Schmelz- punkt	Wasserlös- lichkeit bei 130°C	Nuance
24	0,8	<p>X: ca. 40 % H ca. 60 % CH<sub>3</sub></p>	ca. 200°C	17mg/l	Blau
25	0,6		ca. 150°C	107mg/l	grünst. Blau
26	1,0		> 200°C	43mg/l	Dunkelblau



Tabelle

Le A 20 929

Bei- spiel	R <sub>TT</sub> in %	Konstitution	Schmelz- punkt	Wasserlös- lichkeit bei 130°C	Nuance
31	0,8		> 200°C	84mg/l	Blau
32	1,1		> 200°C	78mg/l	Marine- blau
33	0,6		ca. 200°C	54mg/l	Violett

Patentansprüche

1. Verfahren zum Färben von Stückware aus hydrophobem Fasermaterial unter HT-Bedingungen mit im herkömmlichen Sinne unformierten Dispersionsfarbstoffen, dadurch gekennzeichnet, daß
- 5
- a) diese Farbstoffe unter Färbebedingungen in fester Form vorliegen und eine Mindestlöslichkeit von 1 mg, vorzugsweise 5 mg, pro Liter Färbeflotte bei 130°C aufweisen,
- 10
- b) diese Farbstoffe direkt in das Färbebad eingebracht werden und
- c) die Färbemaschine sowohl die Färbeflotte als auch das zu färbende Material bewegt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man den Farbstoff in Form des nassen Preßkuchens, wie er bei der Synthese anfällt, einsetzt.
- 15
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Farbstoff den durch Zusatz von maximal 10 Gewichtsprozenten Stellmittel typkonform eingestellten Farbstoffpreßkuchen, gegebenenfalls nach einer Sprühtrocknung, einsetzt.
- 20

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man den Farbstoff bei 20 - 50°C in die Färbeflotte einbringt und diese dann auf Färbetemperatur hochheizt.
- 5 5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als Färbemaschine eine Düsenfärbemaschine einsetzt.
6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Flottenzirkulation mindestens  
10 10 l/Min. bezogen auf 1 kg Ware beträgt.
7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die gefärbte Ware einer reduktiven Nachbehandlung unterwirft und diese im gleichen Färbebad vornimmt.
- 15 8. Die nach Ansprüchen 1 bis 7 gefärbten Textilmaterialien.



Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0060433  
Nummer der Anmeldung

EP 82 10 1562

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE																	
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. <sup>3</sup> )														
Y	CHEMICAL ABSTRACTS, Band 89, Nr. 10, 4. September 1978, Seite 56, Nr. 76300f, Columbus, Ohio, USA & JP - A - 78 46327 (NIPPON KAYAKU CO., LTD.) 25-04-1978 * Zusammenfassung *	1,4,8	D 06 P 1/00 D 06 P 7/00 D 06 P 3/54 C 09 B 67/38 //														
D,Y	--- DE-A-2 330 622 (CIBA-GEIGY) * Insgesamt *	1,6,8															
A	--- DE-A-2 758 417 (CIBA-GEIGY)  * Insgesamt und insbesondere Seite 10, 2. Hälfte *	1,4,6-8															
D,A	--- EP-A-0 013 892 (BAYER) * Insgesamt *	1,8															
A	--- DE-A-2 534 618 (HOECHST) * Insgesamt *	1,8	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. <sup>3</sup> )  D 06 P C 09 B														
A	--- DE-A-2 002 285 (HOECHST) * Beispiel 4 *	1,8															
A	--- DE-A-2 922 223 (YORKSHIRE CHEMICALS) * Insgesamt *	1,8															
-----																	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.																	
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 22-06-1982	Prüfer DEKEIREL M.J.														
<table><tr><td>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN</td><td>E : älteres Patentdokument, 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 : nichtschriftliche Offenbarung</td><td></td></tr><tr><td>P : Zwischenliteratur</td><td>&amp; : 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 Patentdokument, 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 : nichtschriftliche Offenbarung		P : Zwischenliteratur	& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN	E : älteres Patentdokument, 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 : nichtschriftliche Offenbarung																	
P : Zwischenliteratur	& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument																
T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze																	