

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 090 272
A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 83102623.2

(51) Int. Cl.³: **D 06 P 3/54, D 06 P 5/20,**
D 06 B 23/20

(22) Anmeldetag: 17.03.83

(30) Priorität: 20.03.82 DE 3210380

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

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: **05.10.83**
Patentblatt 83/40

(84) Benannte Vertragsstaaten: **CH DE FR GB IT LI**

(72) Erfinder: **Glander, Siegfried, Dr., Wiesenweg 15,**
D-6232 Bad Soden am Taunus (DE)

(54) **Verfahren zum gleichmässigen Färben von Polyesterfasern nach der Ausziehmethode.**

(57) In der PES-Ausziehfärberei ist das von Produkt zu Produkt unterschiedliche Egalisierverhalten von Dispersionsfarbstoffen bekannt, dem man durch einen speziellen Finish der Handelsfarbstoffe zu begegnen versucht. Das Erzielen egalier Färbungen in kurzer Zeit auch mit von sich aus schlecht egalisierenden Farbstoffen bei gleichzeitigem Einsparen der recht kostenintensiven Finishbehandlung ist nach wie vor eines der dringendsten Bedürfnisse der Praxis.

Die zuvor dargelegten mangelhaften Ergebnisse im Zuge der PES-Ausziehfärberei lassen sich erfindungsge-
mäss beheben, wenn nichtgefinishte Dispersionsfarbstoff-
Fabrikationsware in höchst möglicher Konzentration in ei-
nem organischen, mit Wasser mischbaren Lösungsmittel
gelöst und portionsweise in die bereits bei Färbetemperatur
(125–140 °C) durch das PES-Textilgut strömende, wäßrige
Flotte gedrückt wird.

EP 0 090 272 A2

Verfahren zum gleichmäßigen Färben von Polyesterfasern
nach der Ausziehmethode

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum gleichmäßigen Färben von Textilmaterial aus hydrophoben synthetischen Fasern, bevorzugt Polyester(PES)-Fasern, für sich allein oder als Bestandteil von Mischungen mit natürlichen oder anderen synthetischen Fasern nach der Ausziehmethode mit heißfixierbaren Farbmitteln in einem geschlossenen apparativen System sowohl unter Hochtemperatur(HT)-Bedingungen bei dem sich einstellenden erhöhten Druck als auch unter atmosphärischem Druck, bei Temperaturen zwischen 90° und 140°C aus wäßrigem Medium mittels einer bewegten Flotte, welche in dem Färbesystem so lange Zeit umgewälzt wird, bis das Farbmittel auf das Textilmaterial aufgezogen und in diesem fixiert ist.

Ausziehtechniken vom oben erwähnten Typ zum Färben von PES-Fasern mit wäßrigen Dispersionen von wasserunlöslichen Farbstoffen unter HT-Bedingungen sind in der Praxis seit langem erprobt und werden in verschiedenen Verfahrensvarianten vorgenommen. Nach einer bisher üblichen Arbeitsweise ist hierbei die aus dem Farbstoff samt Zusätzen sowie gegebenenfalls Hilfsmittel fertig zubereitete Flotte von Anfang an zusammen mit der Ware langsam auf die vorgesehene Färbetemperatur von 120° bis 130°C aufgeheizt worden. Man hat aber auch schon das Textilgut und ein farbstoff-freies Behandlungsbad unter Durchströmen zunächst gemeinsam auf Färbetemperatur gebracht bzw. von vornherein derart erhitztes Wasser in das Zirkulationssystem eingeführt, sodann den separat dispergierten Farbstoffansatz über einen Bypass oder Injektor in die heiße Flotte eingeschleust und schließlich bis zur Beendigung der Färbeoperation umgewälzt. Nach einer unter der Bezeichnung "Rapidcolor-Prozeß" aus der DE-PS 23 31 669 fernerhin bekannten isothermischen Färbemethode

wird die gesamte Färbeflotte einschließlich des Farbstoffes in einem vom eigentlichen Färbegefäß getrennten Ansatzbehälter auf etwa Färbetemperatur erwärmt und danach unter Zuhilfenahme von relativem Überdruck zügig in den angeschlossenen Zirkulationsfärbeapparat übergeführt, in dem sich das im Pack- oder Aufstecksystem angeordnete Fasermaterial befindet, welches in einem vorbereitenden Schritt mittels strömendem Dampf entlüftet und dabei zugleich ebenfalls auf etwa Färbetemperatur aufgeheizt worden war. Während dieser Flotteneinleitungsphase wird die restlose Kondensation der Dampfatmosphäre erzwungen und der Färbebehälter vollständig mit der eingepreßten Flotte gefüllt. Das zuletzt beschriebene Verfahren ist laut DE-AS 24 56 250 weiterentwickelt worden, indem ein konzentrierter, in Wasser dispergierter Farbstoffansatz beim Einschleusen einer auf Färbetemperatur aufgeheizten, blinden Gesamtflotte über eine Mischstrecke zugeetzt und mit dem so gebildeten Ausziehbad das Färbegefäß mit dem durch Bedampfen vorerhitzten Textilgut schnell aufgefüllt wird.

Fast alle zuvor besprochenen Methoden gemäß Stand der Technik bringen den vordispergierten Farbstoff in einem einmaligen Zusatz in das auf Färbetemperatur erwärmte Färbesystem ein. Aus diesem Vorgehen ergeben sich für die Sicherheit des Verfahrens und die Egalität der Färbung Nachteile. Es ist deswegen in der DE-PS 25 34 562 bereits vorgeschlagen worden, das Einschleusen von solchen hochkonzentrierten, wäßrigen Farbstoffdispersionen portionsweise entsprechend dem Umwälztakt der das Fasermaterial durchströmenden Färbeflotte zu unternehmen.

Noch ein Verfahren zum isothermischen Färben von PES-Fasern mit Farbstoffen, die in Wasser eine Löslichkeit

von 2 bis 20 mg/l aufweisen, in einem geschlossenen Färbesystem mit bewegter Flotte ist in der DE-OS 22 39 563 erläutert, wobei man die Farbstoffe zuerst in einem mit Wasser nicht mischbaren organischen Lösungsmittel löst, dann diese Lösung mit Wasser bei erhöhter Temperatur durchsprudelt, die so entstandene wäßrige Lösung des Farbstoffes im selben Kreislauf durch das zu färbende Material durchpumpt, und die an Farbstoff verarmte wäßrige Lösung wieder durch das flüssige Depot des Farbstoffs im organischen Lösungsmittel leitet. Das Wirkungsprinzip dieser Methode beruht darauf, dem Farbstoff zu ermöglichen, aus dem Lösungsmittel in das Wasser zu wandern, sich dort auf Grund seiner geforderten Löslichkeit zu lösen und auf diese Weise ganz langsam durch den Flottenkreislauf auf die PES-Faser gebracht zu werden.

Als Farbmittel für den dargelegten Zweck haben sich insbesondere Dispersionsfarbstoffe bewährt. Dispersionsfarbstoffe, die bekanntlich keine löslichmachende Gruppen im Molekül enthalten, sind organische Verbindungen mit beschränkter Wasserlöslichkeit, aber mit der anteilig geringen in Wasser gelösten Form von hoher Affinität für Polyesterfasern. Abgesehen vom Färben solcher Farbstoffindividuen aus organischen Lösungsmitteln, das sich in der Praxis nicht durchgesetzt hat, findet das Färben von Synthefasern aus wäßriger Phase über den dispergierten Farbstoff statt, indem man diesen durch entsprechende Zusätze, wie eine relativ hohe Menge an Dispergiermittel (zur Stabilisierung der Flotte) in eine Feinverteilung bringt, ohne die eine fleckenfreie und egale Färbung nicht zu erzielen wäre. Hierbei erfolgt der eigentliche Färbevorgang durch die Adsorption des gelösten, monomolekularen Farbstoffs an die Oberfläche der PES-Faser und durch das anschließende Diffundieren in das Faserinnere. Das bei diesem Ausziehprozeß gestörte Lösungsgleichgewicht in der Flotte wird zum

Ausgleich durch Nachlösen von Farbstoff aus dem dispergierten Zustand wieder hergestellt.

5 Bei der Handelsform dieser Dispersionsfarbstoffe spielt zum Einsatz aus wäßrigem Medium somit ein guter Finish für deren Dispergierfähigkeit sowie Stabilität der Dispersion in der Flotte, zur Vermeidung von Abfiltrierungen und den damit verbundenen Unregelmäßigkeiten auf der Ware und der meistens gleichzeitig auftretenden
10 schlechten Reibechtheit eine große Rolle.

Der Finish der Handelsfarbstoffe hat also großen Einfluß auf die Färbereigenschaften und macht etwa die Hälfte der Farbstoff-Herstellungskosten aus. Trotz alledem
15 kommt es aufgrund unterschiedlichen Egalisierverhaltens von Dispersionsfarbstoffen in der PES-Ausziehfärberei immer wieder zu Schwierigkeiten.

Der vorliegenden Erfindung liegt nunmehr die Aufgabe zugrunde, Farbstoffe oder Pigmente ohne Finish bzw. ohne Bindemittel für alle Ausziehverfahrensvarianten zur Färbung von PES-Fasern aus wäßrigem Bad zugänglich zu machen und auf diese Weise die Behandlungsmaßnahmen zu vereinfachen. Das Erzielen egalier Färbungen in kurzer
20 Zeit auch mit schlecht egalisierenden Farbstoffen und das Einsparen der teuren Finish-Kosten stehen hierbei im Vordergrund.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß
30 in Wasser praktisch nicht lösliche bzw. schwerlösliche Farbstoffe und/oder Pigmente, ohne vorherige Aufbereitung durch einen auf passende Färbereigenschaften ausgerichteten Finish bzw. in Abwesenheit von speziellen Bindemitteln, in einem oder mehreren organischen Lösungsmitteln, die
35 unter Färbebedingungen in Wasser ausreichend löslich oder mit diesem mischbar sind, gelöst werden und die so erhaltene Lösung sodann in die zirkulierende, das

Textilmaterial bereits bei Färbetemperatur durch- bzw. umströmende, farbstoff-freie bzw. an Farbstoff verarmte wäßrige Flotte eingebracht wird.

- 5 Das beanspruchte Verfahren macht vorteilhaft Gebrauch von der Tatsache, daß beim Einschleusen eines in einem organischen Lösungsmittel vom oben definierten Typ gelösten wasserunlöslichen Farbstoffes in etwa 130°C heißes Wasser überraschenderweise ein höherer Farbstoffanteil in Lösung
- 10 auf 130°C in die wäßrige Flotte in Lösung geht. Die dem vorliegenden Fall zugrundeliegende Erfindungsidee besteht nunmehr darin, diesen experimentellen Befund direkt für das Färben zu nutzen und die in der vorstehenden Weise erhaltene Farbstofflösung auch ohne jegliches weitere Hilfsmittel bei Färbetemperatur so portionsweise in den Kreislauf einer
- 15 strömenden, wäßrigen Flotte zu dosieren, daß unter Ausbeutung der erhöhten Konzentration des monomolekularen Farbstoffes eine bessere Egalität der Färbungen resultiert. Da in der Regel eine höhere, im organischen Lösungsmittel gelöste Farbstoffmenge bei dem portionsweise Zudosieren in die heiße wäßrige Flotte eingebracht wird als in Lösung bleiben
- 20 kann, ist zu vermuten, daß der rekristallisierte Farbstoffanteil in einer für das Nachlösen in monomolekularer Form günstigeren Kristallmodifikation vorliegt als dies sonst beim üblich dispergierten Farbstoff der Fall ist. In diesem Zusammenhang konnte aber keineswegs erwartet werden, daß bei einem solchen Vorgehen sogar der Einsatz von
- 25 ungefinishten Farbstoffen auf dem Textilgut einwandfreie und egale Färbungen ergibt.

Als organische Lösungsmittel für das erfindungsgemäße Verfahren kommen alle jene in Frage, die unter den angewandten Färbebedingungen in Wasser

30 zumindest partiell löslich bzw. mit Wasser mischbar sind und in denen der reine Farbstoff und/oder das Pigment in genügend hoher Konzentration gelöst werden können. Der Farbstoff bzw. das Pigment kann verfahrensgemäß auch bei erhöhter Temperatur im organischen Lösungsmittel gelöst und aus einem beheizten Ansatzgefäß in den Flottenkreislauf eingeschleust werden. Beispiele für solche Lösungsmittel, die für sich allein

35 oder in Form von Mischungen verwendet werden, sind:

Alkohole wie 3-Methoxybutanol, vor allem aber die Glykole und deren Ether bzw. die Ester von solchen Glykolthern wie Glykol (Monoethylenglykol), Diglykol, Triglykol, Methylglykol, Methylglykolacetat, Methyl diglykol, Ethylglykol, 5 Ethyldiglykol, Ethyldiglykolacetat, Propylglykol, n-Butylglykol, n-Butyldiglykol; Ketone wie Aceton, Methyl ethylketon, Diacetonalkohol; cyclische Ether wie Tetrahydrofuran, Tetrahydrofurfurylalkohol, Dioxan; Ester und Lactone wie Glykolmonoacetat, Essigsäure-sek.butylester, Milch- 10 säureethylester, Butyrolacton; niedrige Carbonsäuren wie Ameisensäure, Essigsäure; stickstoffhaltige Verbindungen gegebenenfalls von cyclischer Natur wie Dimethylformamid, Dimethylacetamid, Pyridin, N-Methylpyrrolidon, Morpholin; und schwefelhaltige Verbindungen wie Dimethylsulfoxid. Be- 15 sonders gut geeignet sind polare, aprotische Lösungsmittel. Hervorzuheben sind hierbei Dimethylformamid und Dimethylsulfoxid.

Als Farbstoffe werden erfindungsgemäß in erster Linie 20 Dispersionsfarbstoffe eingesetzt, welche die oben angeführten Bedingungen hinsichtlich Löslichkeit erfüllen. Derartige Produkte sind allseits bekannt und werden im Colour Index, 3. Auflage, Band 2 unter der Klassenbezeichnung "Disperse Dyes" beschrieben. Ihrer Konstitution 25 nach gehören die meisten Dispersionsfarbstoffe zu den Azo-, Antrachinon- oder in wenigen Fällen zu den Nitro- oder Chinophthalon-Verbindungen.

Nach dem beanspruchten Verfahren können die Dispersions- 30 farbstoffe vorteilhaft im ungefinishten Zustand zur Anwendung gelangen und beispielsweise als Preßkuchen, d.h. aus der Fabrikation kommend und noch nicht mit dem Finish versehen, verwendet werden [nicht gefinishte Fabrikations(roh)ware]. Über den Vorteil hinaus, unge- 35 finishte Farbstoffe der PES-Ausziehfärberei zugänglich zu machen, ermöglicht die vorliegende Erfindung auch diejenigen gefinishten Dispersionsfarbstoffe, die nach den bisher üblichen Ausziehverfahren nur schwer egal zu

färben sind, mit sehr guter Egalität zu färben.

Nach der vorliegenden Erfindung lassen sich auch Pigmente verwenden, sofern sie den Anforderungen in
5 Bezug auf die Löslichkeit genügen, besonders organische Pigmente, welche im Zuge des neuen Verfahrens kein Bindersystem als Vermittler für ihre Bindung an die Faser benötigen, und die im Colour Index, 3. Auflage, Band 3 unter dem Begriff "Pigments" eingeteilt sind. Als ver-
10 fahrensgemäß geeignet haben sich ferner die unter der Bezeichnung "Solvent Dyes" im Colour Index, 3. Auflage, Band 3 aufgeführten Produkte erwiesen.

Zur Durchführung des neuen Verfahrens werden die erwähnten
15 Farbstoffe und/oder Pigmente (in der oben angegebenen Beschaffenheit) in einem Lösungsmittel (vom oben definierten Typ) allein oder einer Mischung davon in möglichst hoher Konzentration gelöst und diese konzen- trierte Farbstofflösung wird portionsweise dosiert in
20 bestimmten zeitlichen Abständen, zweckmäßig bei wechselnder Strömungsrichtung auf mehrere Umpumpzyklen verteilt, in die wäßrige Färbeflotte eingedrückt. Bei gut egalisierenden Farbstoffen kann die ganze für die Färbung erforderliche Menge derselben in Form einer konzentrierten Lösung
25 auf einmal in einer einzigen Charge oder in wenigen Portionen zu der zirkulierenden Flotte gegeben werden, bei weniger gut bzw. schlecht egalisierenden Farbstoffen ist ein Einschleusen in mehreren Portionen in bestimmten Zeitabständen oder auf verschiedene Umwälzzyklen ver-
30 teilt notwendig.

Gegenüber den bisher üblichen Auszieh-Färbetechniken für Synthesefasern mit wasserunlöslichen Farbstoffen auf Basis von wäßrigen Dispersionen bietet das erfindungs-
35 gemäße Verfahren eine Reihe von Vorteilen:

- Die zum Färben einsetzbaren reinen Farbstoffe sind als ungefinishte Fabrikationsware erheblich billiger als die gefinishten Handelsprodukte. Sie brauchen nur noch auf gleiche Farbstärke standardisiert werden.
- 5 - Es können verfahrensgemäß Farbstoffe und Pigmente verwendet werden, die bisher in gefinishter Form bzw. mit einem Bindemittel versehen für die PES-Färberei zur Erzielung von egalten Färbungen ungeeignet erschienen.
- 10 - Die Färbungen nach der Erfindung mit den ungefinishten Farbstoffen werden auch gegenüber den Färbungen mit entsprechenden, bisher nach herkömmlichen Verfahren schwer egal zu färbenden, gefinishten Dispersionsfarbstoffen nunmehr mit sehr guter Egalität erhalten.
- 15 - Wegen des schnellen Erreichens von egalten Färbungen verkürzt sich in vielen Fällen die Färbezeit.
- Da in den meisten Fällen keine bzw. sehr wenig Dispergiermittel und/oder Egalisierungsmittel der Farbstofflösung im Ansatzgefäß oder der zirkulierenden, blinden
20 Flotte zugemischt werden, gibt es auch keine entsprechenden Rückstände auf der Faser oder im Bad. Dadurch wird die Nachbehandlung der gefärbten Ware einfacher bzw. die Nachbehandlungszeit kürzer.
- 25 Beispielsweise kann in vielen Fällen auf die reduktive Nachbehandlung verzichtet und es braucht die Färbung nur gespült werden.
- Sofern keine Tenside im Bad anwesend sind, ist nach
30 dem Ausziehen einer ersten Färbung das erneute Färben auf der stehenden wäßrigen Restflotte leicht durchführbar.
- Die Durchfärbung der PES-Faser ist bei dem erfindungsgemäßen Verfahren in den meisten Fällen besser als nach
35 den dafür bisher üblichen Arbeitsweisen.

- Wenn nach der neuen Arbeitsweise die nach den bisher üblichen Auszieh-Verfahren schwer egal zu färbenden, gefinishten Dispersionsfarbstoffe in ihrer gefinishten Handelsform eingesetzt werden, dann kann eine viel
5 bessere Egalität und damit wiederum eine Zeitersparnis erzielt werden.

Die vorliegende Erfindung läßt sich technisch leicht realisieren, weil alle vorhandenen Zirkulations-Färbe-
10 apparate für das neue Verfahren benutzt werden können und sich eine steuerbare Einschleusvorrichtung nach bekanntem Stand der Technik an dem Flottenzirkulations-system der Färbeapparate problemlos installieren läßt. In Übereinstimmung mit den durchzuführenden Verfahrens-
15 maßnahmen kann die blinde Flotte (ohne Farbstoff) vorteilhaft so schnell wie möglich auf Färbetemperatur aufgeheizt werden. Ein zusätzlicher Ansatzbehälter zum Aufheizen der Färbeflotte, wie beim isothermen Rapid-color-Verfahren nach DE-PS 23 31 669, ist erfindungsgemäß
20 überflüssig.

Das beanspruchte Verfahren ist sehr sicher durchführbar und liefert sehr gut reproduzierbare Färbungen, weil die Dosierung bzw. das Einschleusen der Farbstofflösung
25 leicht automatisch gesteuert werden kann, zumal moderne Färbeapparate bereits programmgesteuert arbeiten.

Nachteilig gegenüber dem herkömmlichen Verfahren zum Färben aus wäßriger Dispersion scheint das organische
30 Lösungsmittel in der Restflotte und die damit verbundene Abwasserbelastung zu sein. Dazu muß festgestellt werden, daß die Konzentration eines solchen Lösungsmittels in der Flotte sehr gering ist (z.B. 0,3 Vol.-% bei Beispiel 1), daß dafür in den meisten Fällen keine Dispergier- und
35 Egalisierungsmittel mit der Restflotte ins Abwasser gelangen, daß man gegebenenfalls auf eine reduktive Nachbehandlung

der Färbungen verzichten kann und dadurch keine Lauge und kein Natriumdithionit ins Abwasser gelangen, und daß schließlich biologisch leicht abbaubare organische Lösungsmittel angewendet werden können. Wenn man Färbungen nach den bekannten Verfahren mit Handelsfarbstoffen, die nicht abbaubare anionische Stellmittel enthalten, mit entsprechenden Färbungen nach dem erfindungsgemäßen Verfahren vergleicht, bei denen viele reine Farbstoffe so hoch konzentriert gelöst werden können, daß nur sehr geringe Mengen des organischen, völlig abbaubaren Lösungsmittels eingesetzt zu werden brauchen, dann ist die Abwasserbelastung bei dem neuen Verfahren sogar als geringer einzustufen.

Als Färbeapparate, die zur Durchführung des beschriebenen Verfahrens Verwendung finden können, sind für das Färben von normalen PES-Fasern alle HT-Färbeapparate mit zirkulierender Flotte, z.B. Kreuzspul- und Baumfärbeapparate, auch solche mit getrennten Ansatzbehältern, wie sie sonst für isotherme Färbeverfahren benutzt werden, sowie ebenfalls alle HT-Jet-Färbeapparate geeignet. Für das Färben von modifizierten PES-Fasern, z.B. von carrierfrei färbbaren Typen, kommen auch die bei Kochtemperatur unter atmosphärischem Druck arbeitenden Färbeapparate gleicher Bauart in Betracht.

Das Einschleusen der konzentrierten Farbstofflösung in den Flottenumlauf ist auf verschiedene Art und Weise möglich. Entweder wird die Dosierung über eine Neben- oder Musterkammer, oder über ein gesondertes Gefäß vorgenommen. Ausführungsbeispiele für solche erfindungsgemäß verwendbare Dosiervorrichtungen sind in den unten angegebenen Zeichnungen schematisch dargestellt. Dies kann beispielsweise mit Hilfe einer gegen das unter Druck stehende Färbesystem abschließbaren Bypass-Leitung geschehen, in der sich ein Ansatz- bzw. Vorratsgefäß zur

Bereitung und Aufnahme der Farbstofflösung befindet. Die Verteilung der Farbstofflösung in der Gesamtfärbeflotte erfolgt dann durch Einbeziehen des Bypasses in den Flottenkreislauf. Es ist jedoch auch möglich, die Einspeisung
5 der Farbstofflösung über eine entsprechende Ventilsteuerung mit Hilfe eines Injektors auszuführen. Dieser Vorgang läßt sich mittels Drucküberlagerung durch z.B. Preßluft, Wasserdampf oder ein inertes Gas auf die Flüssigkeitsoberfläche der Farbstofflösung besorgen,
10 welche man in einem beheizbaren sowie druckdicht verschließbaren, mit einer Druckluftzuführung ausgerüsteten Ansatz- bzw. Vorratsgefäß deponiert, das unter Zwischenschaltung eines Dosierventils mit dem Flottenkreislauf direkt oder indirekt über ein Steigrohr verbunden ist.
15 Die Dosierung der Farbstofflösung in vorgegebenen Portionen kann durch entsprechende Steuerung, z.B. eines Magnetventils oder eines pneumatisch ansteuerbaren Ventils, per Hand oder automatisch, nach bestimmten Zeiten oder verteilt auf eine vorgegebene Anzahl von Umpumpzyklen bewerk-
20 stelltigt werden.

Noch eine andere Variante zur Eindosierung bedient sich der Saugwirkung einer Pumpe. Der Injektor wird dann im Prinzip aus einer zusätzlichen Pumpe bestehen, welche von
25 einem unter atmosphärischem Druck stehenden Ansatz- bzw. Vorratsgefäß die Farbstofflösung in das unter Druck stehende Färbesystem hineinbefördert.

Die nachstehenden Beispiele dienen zur Erläuterung der
30 Erfindung.

Beispiel 1

Die Durchführung der nachstehend beschriebenen Färbung erfolgte in einem Garnfärbeapparat, der im wesentlichen aus einem druckdichten Färbebehälter mit darin untergebrachten Trägern für das zu färbende Textilgut, einer damit verbundenen Rohrleitung zur Bildung des Flottenkreislaufes und einer Umwälzpumpe für die zirkulierende Flotte besteht, wobei die erwähnte Rohrleitung (1) einen Anschluß zu der in Fig. 1 abgebildeten Dosier-
vorrichtung für die Einspeisung der Farbstofflösung in den Flottenkreislauf enthält.

Diese Dosiervorrichtung ist selbst aufgebaut aus einem Ansatz- bzw. Vorratsgefäß (2) für die Farbstofflösung (3), welches mit einer Zuführung (4) für Druckluft bzw. ein Druckgas, jeweils verschließbarem Druckablaß (5) sowie Flüssigkeitsentleerungsrohr (6) und mit einem Heizmantel (7) zur Steuerung der Temperatur in der Farbstofflösung (3) ausgerüstet ist. Ein nahezu bis zum Gefäßboden reichendes Steigrohr (8) führt nach ungefähr rechtwinkliger Abbiegung aus dem Ansatz- bzw. Vorratsgefäß (2) heraus und stellt über ein Dosierventil (9) den Anschluß zu der Rohrleitung (1) des Flottenzirkulationssystems her. Das Steigrohr (8) ist vorgesehen für die portionsweise Entnahme und Überführung der Farbstofflösung (3) aus dem Ansatz- bzw. Vorratsgefäß (2) in die Rohrleitung (1), was durch Beaufschlagung von relativem Überdruck auf den Flüssigkeitsspiegel der Farbstofflösung (3) erreicht wird, und besorgt zweckmäßig bei Färbetemperatur, die gleichmäßige Verteilung der Farbstofflösung (3) in der aufgrund von Pumpenwirkung mit wechselnder Strömungsrichtung durch die Rohrleitung (1), den Färbebehälter sowie das Textilgut pulsierenden, blinden bzw. an Farbstoff verarmten Gesamtfärbeflotte.

Mit der ungefinishten Fabrikationsware des Farbstoffes C.I. Disperse Yellow 114 wurden 20 Muffs aus PES-Fasern zu je 2 kg wie folgt gefärbt:

- 5 Dazu wurden 130 g reiner Farbstoff in 1000 cm³ Dimethylformamid bei 80°C gelöst und diese Lösung wurde in dem dampfbeheizten Ansatzgefäß (2) der oben beschriebenen Dosiervorrichtung gemäß Fig. 1 deponiert.
- 10 Unterdessen hatte man in dem mit dem zu färbenden Textilgut beschickten Färbebehälter eine blinde Flotte aus 320 l Wasser eingefüllt. Diese wurde zunächst durch Ansäuern auf pH 5 eingestellt und zirkulierte sodann
- 15 - unter Aufheizen sowie wechselnder Strömungsrichtung über das im Verein mit Rohrleitung (1) gebildete Zirkulationssystem des Färbebehälters - bei Färbetemperatur von 130°C durch die PES-Muffs. Die Umschaltintervalle betrugen jeweils 4 Minuten .. von außen nach innen und 3 Minuten von innen nach außen. Hierbei wurde die Farbstofflösung (3) auf 3 Umschaltintervalle verteilt zu
- 20 etwa je 1/3 der Ansatzmenge dem Kreislauf der Gesamtflotte zudosiert.

Die Überführung der Farbstofflösung (3) erfolgte unter

25 Zuhilfenahme von Stickstoff, der in das Ansatzgefäß (2) gepreßt wurde und den Flüssigkeitsspiegel mit einem Druck von 5 bar überlagerte. Sobald nun das Dosierventil (9) geöffnet wurde, stieg infolge des erhöhten Druckes auf die Oberfläche der Flüssigkeit außerhalb des Steigrohres

30 (8) die Farbstofflösung in diesem Steigrohr hoch und gelangte auf diesem Weg in die zirkulierende Flotte.

Nach 20 Minuten Färbezeit wurde das Färbesystem abgekühlt, das Textilgut dem Färbebehälter entnommen sowie

35 ohne reduktive Nachbehandlung nur mit Wasser gespült.

Auf der Ware wurde eine dunkle klare Gelbfärbung mit sehr guter Egalität und guten Echtheitseigenschaften erhalten. Mit dem so gefärbten PES-Muff wurde ein Unegalitätstest durchgeführt. Das Ergebnis ist weiter
5 unten angeführt.

Beispiel 2

Für die nachfolgende Färbung wurde ein Garnfärbeapparat
10 analog der Beschreibung in Beispiel 1 benutzt, bei dem die zur Bildung des Flottenkreislaufes dienende Rohrleitung (1) hier jedoch mit einer als Bypass geschalteten Dosiertvorrichtung entsprechend Fig. 2 versehen ist.

15 Diese Dosiertvorrichtung besteht darin, daß eine Nebenschlußleitung (10a, 10b), die ein zwischen deren Abschnitte (10a) und (10b) eingebautes, mit einem durch ein Ventil verschließbaren Druckablaß (5) ausgerüstetes Ansatz- bzw. Vorratsgefäß (2) für die Farbstofflösung (3)
20 durchläuft, vom Rohrleitungsabschnitt (1a) abzweigt und nach gewissem Abstand dieser Rohrleitung im Abschnitt (1b) wieder zugeführt wird. Durch an den beiden Verzweigungsstellen angeordnete Dreiwegehähne (11a, 11b) wird erreicht, daß der Flottenumlauf entweder nur über
25 das Zirkulationssystem des Färbebehälters entlang der Rohrleitungsteile (1a - 1c - 1b) stattfindet, oder unter Einbeziehung von Bypass samt Ansatz- bzw. Vorratsgefäß (1b - 11b - 10b - 2 - 10a - 11a - 1a) seinen Weg nimmt. Das Dosierungsprinzip beruht im vorliegenden Falle darauf,
30 daß durch geeignete Betätigung von Dreiwegehahn (11b) heiße, blinde oder an Farbstoff verarmte Flotte in Strömungsrichtung der Rohrleitungen bei (1b) entnommen, über die Strecke (10b) durch das Ansatz- bzw. Vorratsgefäß (2) geleitet und sodann über die Strecke (10a)
35 sowie den zweiten Dreiwegehahn (11a) wieder in die Rohrleitung bei (1a) zurückgeführt wird. Diese Maßnahme bewirkt, daß Farbstofflösung (3) portionsweise mitgeschleppt

wird und sodann in der zirkulierenden Gesamtflotte zur gleichmäßigen Verteilung kommt.

- 5 Mit der ungefinishten Fabrikationsware des Farbstoffes C.I. Disperse Red 183 wurde ein 700 g Muff aus PES-Fasern wie folgt gefärbt:

10 6,3 g reiner Farbstoff wurden in 200 cm³ Dimethylacetamid bei 20°C gelöst und diese Lösung wurde auch bei Raumtemperatur im Ansatzgefäß (2) der oben beschriebenen Dosiervorrichtung gemäß Fig. 2 deponiert.

15 In der Zwischenzeit wurde die blinde Flotte von 20 l Wasser durch Ansäuern auf pH 5 eingestellt und über die aus den Abschnitten (1a), (1c) und (1b) zusammengesetzte Rohrleitung durch den im Färbebehälter gelagerten PES-Muff unter denselben Behandlungsbedingungen wie in Beispiel 1 zur Zirkulation gebracht.

20 Sobald auf dem Textilgut Färbebedingungen eingestellt waren, wurde die Überführung der Farbstofflösung (3) in den Färbebehälter in Gang gesetzt. Durch synchrones Umschalten der Dreiwegehähne (11a) und (11b) zirkulierte die
25 heiße Flotte 8mal kurzfristig über den Weg (1b) - (11b) - (10b) - (2) - (10a) - (11a) - (1a) und nahm aus dem Ansatzgefäß (2) jedesmal etwa 25 cm³ Farbstofflösung in den Zirkulationsstrom mit.

30 Auch diese Färbung wurde nach 20 Minuten Färbezeit beendet, das gefärbte PES-Material mit einem wäßrigen Bad unter Zusatz von 3 cm³/l NaOH-Lösung von 38°Bé und 3 g/l Natriumdithionit und 1 g/l eines nichtionogenen Waschmittels 10 Minuten bei 85°C reduktiv nachbehandelt
35 und anschließend mit Wasser gespült.

Auf der Ware wurde eine dunkle Scharlachfärbung mit guter Egalität und guten Echtheitseigenschaften erhalten. Auch mit diesem Muff wurde ein Unegalitätstest durchgeführt, das Ergebnis davon siehe unten.

5

Beispiel 3

14 g des reinen Farbstoffs C.I. Disperse Red 132 wurden in 100 cm³ Dimethylsulfoxid bei 50°C gelöst und diese Lösung wurde im Ansatzgefäß (2) gemäß Fig. 1 deponiert. Das Ansatzgefäß war beheizt.

Das benutzte Färbesystem aus Färbebehälter samt darin untergebrachtem Textilgut war von gleicher Art wie in Beispiel 1. Eine blinde 20 l-Flotte zirkulierte durch einen Muff aus PES-Fasern von 700 g. Diese wäßrige, 130°C warme Flotte wurde mit 1 g/l eines Dispergiermittels versetzt und auf pH 5 eingestellt.

Nach Vorliegen der Färbebedingungen fand die Überführung der Farbstofflösung aufgeteilt in 8 Portionen statt. Nach abgeschlossener Zudosierung wurde die Färbeoperation noch weitere 20 Minuten fortgeführt und sodann beendet.

Zur Fertigstellung wurde die so gefärbte Ware anschließend nur mit Wasser gespült und eine Rosafärbung mit guter Egalität und guten Echtheitseigenschaften erhalten. Das Ergebnis des Unegalitätstestes ist unten in der Tabelle aufgeführt.

30

Beispiel 4

10 g des reinen Farbstoffes C.I. Solvent Blue 122 wurden in 200 cm³ Dimethylformamid bei 100°C gelöst und mit dieser Lösung wurde ein Muff aus PES-Fasern von 800 g wie in Beispiel 3 gefärbt. Dieser Muff mußte zur Erzielung

von guten Echtheitseigenschaften reduktiv nachbehandelt werden.

Es wurde eine gute egale, mittelstarke Blaufärbung erhalten. Das Ergebnis des Unegalitätstests siehe unten.

Beispiel 5

Der hier verwendete Garnfärbeapparat entspricht im Prinzip dem von Beispiel 1, wobei die zur Bildung des Flottenkreislaufes vorgesehene Rohrleitung (1) jedoch in diesem Falle einen Anschluß zu der in Fig. 3 dargestellten Dosiervorrichtung aufweist.

Diese Dosiervorrichtung setzt sich zusammen aus einem Ansatz- bzw. Vorratsgefäß (2) für die Farbstofflösung (3), enthaltend eine Zuführung (4) für Druckluft bzw. Druckgas und ist umgeben von einem Heizmantel (7) zur Steuerung der Temperatur in der Farbstofflösung (3). Eine vom Gefäßboden abzweigende Überführungsleitung (12), versehen mit einem Dosierventil (9) dient als Verbindung zwischen dem Ansatz- bzw. Vorratsgefäß (2) und der Rohrleitung (1) für den Flottenkreislauf. Sobald man nun auf den Flüssigkeitsspiegel der Farbstofflösung (3) einen relativen Überdruck ausübt, läßt sich bei geöffnetem Dosierventil (9) portionsweise Farbstofflösung (3) vom Ansatz- bzw. Vorratsgefäß (2) in die den Flottenkreislauf aufnehmende Rohrleitung (1) drücken, die nach erfolgter Injektion in der zirkulierenden blinden oder an Farbstoff verarmten Flotte gleichmäßig verteilt wird.

1,5 g des reinen Farbmittels C.I. Pigment Red 3 mit der C.I. Nr. 12 120 wurden in 150 cm³ Essigsäure-sek.butyl-ester bei 110°C gelöst und im beheizten Ansatzgefäß (2) der oben beschriebenen Dosiervorrichtung gemäß Fig. 3 deponiert.

Mit dieser Lösung wurde ein Muff aus PES-Fasern wie in Beispiel 4 gefärbt und nachbehandelt.

5 Es wurde eine helle Scharlachfärbung mit guter Egalität erhalten. Das Ergebnis des Unegalitätstests siehe unten.

Beurteilung der in den Beispielen durchgeführten Färbungen mittels Unegalitätstest

10 Nach Weingarten, Melliand Textilberichte 59 (1978), 59-64 kann das Egalitätsverhalten von Dispersionshandelsfarbstoffen folgendermaßen bestimmt werden:

15 Nach 20 Minuten Färbezeit bei Färbetemperatur von 130°C wird die Färbung abgebrochen und aus den gefärbten PES-Muffs werden in radialer Richtung 5 Proben entnommen. Die Stellen der Probeentnahme verteilen sich längs des Radius gleichmäßig von innen nach außen. Die Proben werden getrocknet und der nicht fixierte Farbstoff wird
20 mit kaltem Aceton abgelöst. Dann wird die Farbstoffkonzentration dieser Proben in der Faser durch Auflösung mit sauer eingestelltem Dimethylformamid spektralphotometrisch bestimmt. Aus den Meßergebnissen des Konzentrationsprofils in radialer Richtung wird die
25 Unegalität nach der Formel

$$Ku (\%) = \frac{C_{\max} - C_{\min}}{C_{\min}} \cdot 100$$

30 errechnet ($C_{\max}$ = maximale, $C_{\min}$ = minimale Farbstoffkonzentration auf der Faser der 5 Proben in radialer Richtung).

35 Je kleiner der Ku-Wert, desto besser wird das Egalisierungsverhalten des Dispersions-Handelsfarbstoffs beurteilt.

In der folgenden Tabelle werden die Ku_{20} -Werte der PES-Färbungen mit Handelsfarbstoffen nach dem isothermen Rapidcolor-Färbeverfahren mit den Ku_{20} -Werten der Färbungen der Beispiele 1 bis 3 verglichen (alles für etwa gleiche Farbtiefe).

Ebenso sind die Ku_{20} -Werte der Beispiele 4 und 5 aufgeführt, für die ein Vergleich entfällt, da nach den bisher üblichen Verfahren diese Farbstoffe bzw. Pigmente für die PES-Färberei nicht einsetzbar waren.

10

Beispiel Farbstoff	Ku_{20} erfindungsgemäß	Ku_{20} Rapidcolor, gefinishter Handelsfarbstoff
Beispiel 1		
Disperse Yellow 114	1	4
Beispiel 2		
Disperse Red 183	4	20
Beispiel 3		
Disperse Red 132	5	19
Beispiel 4		
Solvent Blue 122	5	entfällt
Beispiel 5		
Pigment Red 3	18	entfällt

15

20

25

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zum gleichmäßigen Färben von Textilmaterial aus hydrophoben synthetischen Fasern für sich allein oder als Bestandteil von Mischungen mit natürlichen oder anderen synthetischen Fasern nach der Auszieh-
5 methode mit heißfixierbaren Farbmitteln in einem geschlossenen apparativen System sowohl unter Hochtemperatur(HT)-Bedingungen bei dem sich einstellenden erhöhten Druck als auch unter atmosphärischem Druck, bei Temperaturen zwischen 90° und 140°C aus wäbrigem
10 Medium mittels einer bewegten Flotte, welche in dem Färbesystem so lange Zeit umgewälzt wird, bis das Farbmittel auf das Textilmaterial aufgezogen und in diesem fixiert ist, dadurch gekennzeichnet, daß in Wasser praktisch nicht lösliche bzw. schwerlösliche
15 Farbstoffe und/oder Pigmente, ohne vorherige Aufbereitung durch einen auf passende Färbeeigenschaften ausgerichteten Finish bzw. in Abwesenheit von speziellen Bindemitteln, in einem oder mehreren organischen Lösungsmitteln, die unter Färbebedingungen in Wasser
20 ausreichend löslich oder mit diesem mischbar sind, gelöst werden und die so erhaltene Lösung sodann in die zirkulierende, das Textilmaterial bereits bei Färbetemperatur durch- bzw. umströmende, farbstofffreie bzw. an Farbstoff verarmte wäßrige Flotte einge-
25 bracht wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als organische Lösungsmittel vom definierten Typ alle solche für sich allein oder ihre Mischungen einge-
30 setzt werden, in denen die erwähnten Farbstoffe und/oder Pigmente in ausreichend hoher Konzentration löslich sind.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß zur Erhöhung der Löslichkeit von Farbstoff und/oder Pigment das organische Lösungsmittel erhitzt wird.
5
4. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Eindosierung der organischen Lösung von Farbstoff und/oder Pigment in die zirkulierende wäßrige Flotte portionsweise in bestimmten Zeitabständen erfolgt.
10
5. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Eindosierung der organischen Lösung von Farbstoff und/oder Pigment in die zirkulierende wäßrige Flotte bei wechselnder Strömungsrichtung auf mehrere Umwälztakte verteilt erfolgt.
15
6. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Eindosierung der organischen Lösung von Farbstoff und/oder Pigment in die zirkulierende wäßrige Flotte bei gut egalisierenden Farbmitteln in einer einzigen Charge oder in wenigen Portionen und bei schlecht egalisierenden Farbmitteln in mehreren Portionen erfolgt.
20
7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Eindosierung der organischen Lösung von Farbstoff und/oder Pigment in die zirkulierende wäßrige Flotte aus einem druckdicht verschließbaren Ansatz- bzw. Vorratsgefäß über eine entsprechende Bypass-Schaltung erfolgt.
25
30
8. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Eindosierung der organischen Lösung von Farbstoff und/oder Pigment in die zirkulierende wäßrige Flotte aus einem druckdicht verschließbaren
35

Ansatz- bzw. Vorratsgefäß durch Beaufschlagung von Druck auf den Flüssigkeitsspiegel der organischen Lösung oder durch die Saugwirkung einer Pumpe über eine entsprechende Ventilsteuerung erfolgt.

- 5
9. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß ein Tensid bzw. eine Tensid-Mischung der organischen Lösung von Farbstoff und/oder Pigment im Ansatz bzw. Vorratsgefäß oder der zirkulierenden, 10 farbstoff-freien bzw. an Farbstoff verarmten wäßrigen Flotte zugegeben wird.
10. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die wäßrige Restflotte nach dem Aus- 15 ziehen von Farbstoff und/oder Pigment mehrfach für erneute Färbungen verwendet wird, sofern darin keine störenden Rückstände von Stellmittel, Dispergiermittel oder Egalisierungsmittel aus einer vorgängigen Färbeoperation zurückgeblieben sind.
- 20
11. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß Textilmaterial gefärbt wird, welches aus Polyesterfasern besteht oder solche enthält.
- 25
12. Modifikation des Verfahrens zum gleichmäßigen Färben nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß normal gefinishte, aber schwer egalisierbare Dispersionsfarbstoffe für sich allein oder in Mischung mit ungefinishten Dispersionsfarbstoffen eingesetzt werden.



