

⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑪ Anmeldenummer: 86100899.3

⑤① Int. Cl.⁴: **D 06 P 3/14**

⑫ Anmeldetag: 23.01.86

③① Priorität: 30.01.85 DE 3502960

③③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
06.08.86 Patentblatt 86/32

③④ Benannte Vertragsstaaten:
AT CH DE FR IT LI

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

⑦② Erfinder: **Richter, Wolfgang**
Kastanienstrasse 1
D-6238 Hofheim am Taunus(DE)

⑦② Erfinder: **Dürl, Bernd**
Im Herrnwald 27
D-6233 Kelkheim (Taunus)(DE)

⑤④ **Klotz-Färbeverfahren für Wolle.**

⑤⑦ Vinylsulfon-Farbstoffe ergeben auf Wolle beim Klotzen aus sauren Flotten lediglich Färbungen mit schlechter Ausbeute und nur mäßigen Echtheitseigenschaften, wenn nach dem Klotz-Aufdock-Verfahren gearbeitet wird. Erfindungsgemäß hat sich herausgestellt, daß sich beim Klotzen aus schwach alkalischer Flotte (pH 7 - 9) mit Natriumbicarbonat als Fixiermittel und anschließendem Aufdocken (6 - 24 Stunden) der Ware gute färberische Ergebnisse speziell auf filzarm oder filzfrei ausgerüsteten Wollen erzielen lassen.

Klotz-Färbeverfahren für Wolle

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Klotz-Kaltverweil-Verfahren zum Färben von Wolle mit Reaktivfarbstoffen.

- Kaltverweil-Färbeverfahren für Wolle sind dem Coloristen seit langem bekannt. Hierbei wird das Textilgut mit Säure-, Metallkomplex- oder auch Reaktivfarbstoffen aus saurem Medium geklotzt und zur Farbstoff-Fixierung im allgemeinen bei Raumtemperatur eine gewisse Zeitspanne gelagert. Neben den dafür eingesetzten Farbstoffen enthalten die verwendeten Klotzflotten gewöhnlich hohe Mengen (bis zu 300 g/l) an Harnstoff. Unter diesen Bedingungen fixieren Reaktivfarbstoffe, besonders solche vom Vinylsulfon-Typ nur unvollständig und ergeben verminderte Echtheitseigenschaften.
- 10
- 15 Aus der Praxis erhebt sich immer wieder die Forderung, zu Drucken mit Reaktivfarbstoffen auf Wolle im Farbton passende und mit den gleichen Farbstoffen erstellte Uniformfärbungen anbieten zu können, welche sich auf nicht aufwendige Weise realisieren lassen. Abgesehen von der vereinfachten Lagerhaltung mag der Hintergrund dafür wohl hauptsächlich in der Tatsache zu erblicken sein, im Falle von Composé-Artikeln sowohl für den bedruckten als auch den unigefärbten Anteil des Textilguts Übereinstimmung bezüglich der bei Wollartikeln ausschlaggebenden Abendfarbe
- 20
- 25 zu erzielen, was ansonsten beim Einsatz von andersartigen Farbstoff-Kombinationen für ein solches Dessinierungsvorhaben nicht gegeben ist. Darüber hinaus bereitet das Nachstellen der Nuance der Färbung in Anlehnung an ein vorhandenes Druckrezept weit weniger Umstände.
- 30
- Der zuvor angesprochene Sachverhalt führte somit zu der Aufgabenstellung, ein preiswertes, wenig maschinellen Aufwand erforderndes Färbeverfahren, eben ein Klotz-Kaltverweil-Verfahren zum Färben von Wolle mit Reaktivfarbstoffen

zu entwickeln, das die oben aufgezeichneten Unzulänglichkeiten bzw. Nachteile des Standes der Technik nicht aufweist.

- 5 Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man das Fasermaterial mit die gelösten Reaktivfarbstoffe aufweisenden wäßrigen Flotten bei einem pH-Wert zwischen 7 und 9 klotzt und sodann diese Klotzung zwecks Farbstoff-Fixierung im feuchten Zustand 6 bis 24 Stunden, im allgemeinen 12 bis 18 Stunden, bei Temperaturen bis maximal 25°C, vorzugsweise im Bereich von Raumtemperatur, unter den hergebrachten schwach alkalischen Bedingungen verweilen läßt.
- 15 Als Fixieralkali für die Reaktivfarbstoffe in den Klotzflotten nach der vorliegenden Erfindung verwendet man Natriumbicarbonat in Mengen von 5 g/l bis 40 g/l; vorzugsweise werden 20 g/l Natriumbicarbonat eingesetzt.
- 20 Eine derartige Arbeitsweise im alkalischen Medium, wie sie durch das beanspruchte Verfahren praktiziert wird, war für den Wollfärber aber völlig neuartig, denn seinen bisherigen Vorstellungen zufolge mußte bei einem solchen Vorgehen aufgrund der für die Fixierung erforderlichen langen Lagerzeiten des Textilguts eine Schädigung der Wolle durch das anwesende Alkali befürchtet werden.

- Experimentelle Untersuchungen dieses Sachverhalts haben jedoch überraschenderweise gezeigt, daß die auftretende
- 30 Schädigung der Wolle nicht über das Maß hinausgeht, wie sie bislang bei den sonstigen Färbeverfahren mit der erwähnten Zielrichtung ohnedies auftritt. Sie ist vielmehr deutlich geringer als bei herkömmlichen Verfahren, in denen die Flotte hohe Mengen an Harnstoff (bis zu 300 g/l)
- 35 enthält. Vom Einsatz des Harnstoffs wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren hingegen Abstand genommen.

Nun hat man die Fixierung von Reaktivfarbstoffen aus alkalischem Milieu durch Verweilen gemäß der Europäischen Patentanmeldung EP-A1-0 126 026 wohl auch schon für das Färben von Seide oder seidenhaltigen gemischten Fasermaterialien vorgeschlagen. Seide, insbesondere Wildseide, gilt indessen in der auf diesem Arbeitsgebiet tätigen Fachwelt gegenüber alkalischen Einflüssen weitaus weniger empfindlich als dies für Wolle unterstellt worden ist. So wird beispielsweise die Entbastung von Seide mittels sodaalkalischer Flotten vorgenommen. Aus den zuvor dargelegten Beweggründen blieb daher eine Anwendung alkalischer Bedingungen im allgemeinen für die Behandlung von Wollfasern verschlossen. Wenn Maßnahmen dieser Art gelegentlich schon einmal nicht zu umgehen waren, dann sind dieselben jeweils so kurzzeitig wie nur möglich und allerhöchstens aus ammoniakalischen Bädern durchgeführt worden. Eine Übertragung der auf dem Seidengebiet gewonnenen Erfahrungen für den Einsatz auf Wolle hat unter diesen Umständen in keiner Weise nahegelegen.

Als Reaktivfarbstoffe für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens kommen alle im Colour-Index, 3. Auflage 1971 sowie Ergänzungen 1975 unter dem Gattungsbegriff "Reactive Dyes" aufgeführten chemischen Verbindungen infrage, die mit OH-gruppen- und/oder NH-gruppenhaltigen Fasern eine kovalente Bindung einzugehen in der Lage sind.

In den verwendeten Klotzflotten können außer dem Farbstoff noch sonstige Hilfsmittel der üblichen Art wie Netzmittel oder Hilfsmittel zur Förderung oder Verhinderung von Farbstoffmigration eingesetzt werden, sofern sich das als notwendig erweisen sollte.

Das beanspruchte Verfahren wird im allgemeinen wie folgt durchgeführt:

Man klotzt das zu färbende Wolltextil mit der Farbstoff, Natriumbicarbonat und eventuell Hilfsmittel enthaltenden

~~STRECKMASCHINEN~~ Klotzflotte bei etwa Raumtemperatur. Die Flottenaufnahme kann hierbei je nach der Qualität des Farbguts zwischen 50 und 130 %, bezogen auf das Gewicht des trockenen Fasermaterials, betragen.

5

Danach wird die feuchte Ware zur Farbstoff-Fixierung 6 bis 24 Stunden bei etwa Raumtemperatur verweilt, was üblicherweise in aufgerolltem Zustand unter langsamem Rotieren der Kaule erfolgt. Zweckmäßigerweise wird diese Maßnahme unter
10 weitgehendem Luftabschluß vorgenommen, was durch Einschlagen der aufgedockten Ware in eine Plastikfolie erreicht wird. Bei entsprechend niedriger Flottenaufnahme kann der Verweilprozeß mit dem feuchten Textilgut auch in abgetafeltem Zustand bewerkstelligt werden. Anschließend wird die
15 hergestellte Färbung gespült, gewaschen und neutralisiert.

Man erhält nach der vorliegenden Erfindung auf diese Weise Färbungen mit gutem Farbaufbau und hohen Echtheitseigenschaften, auch bei Verwendung von Farbstoffen des
20 Vinylsulfon-Typs.

Besonders gute Ergebnisse lassen sich beim Färben filzfrei oder filzarm ausgerüsteter Wollen (z.B. von chlorierten Wollen oder durch Auflage von Polyimin- oder Polyacryl-
25 Harzen ausgerüsteten Wollen) erzielen.

Beispiel 1

Man klotzt ein Gewebe aus mit einer Antifilzausrüstung
nicht vorbehandelter Wolle mittels einer wäßrigen Flotte
5 von Raumtemperatur (25°C), welche

20 g/l des Farbstoffs Reactive Orange 16 mit der
C.I.-Nr. 17757,

5 g/l eines Netzmittels auf Basis von mit 8 Mol
10 Ethylenoxid pro Mol umgesetztem Isotridecyl-
alkohol und

20 g/l Natriumbicarbonat

aufweist. Die Flottenaufnahme beträgt hierbei 95 %, bezogen
15 auf das Gewicht des trockenen Fasermaterials. Die in dieser
Weise behandelte Ware wird sodann in dem nach Abquetschen
des Flottenüberausschusses resultierenden feuchten Zustand
aufgedockt und zur Farbstoff-Fixierung unter langsamem Ro-
tieren der Kaule 24 Stunden bei Raumtemperatur verweilt.

20

Danach wird die so erzeugte Färbung zunächst mit Wasser
von 40°C gespült, zur Entfernung von auf dem Substrat nicht
fixierten Farbstoffanteilen bzw. von zwischenzeitlich aus
dem Vinylsulfon-Farbstoff infolge Hydrolyse gebildeten
25 nicht-reaktiven Oxy-Farbstoffanteilen während 15 Minuten
bei 80°C durch Behandlung mit Ammoniak im alkalischen
Milieu bei pH 8,5 gewaschen, abermals mit Wasser gespült
sowie hernach mit Essigsäure neutralisiert.

30 Man erhält eine brillante Orangefärbung der Wolle mit sehr
guten Echtheitseigenschaften.

Echtheitsprüfungen vor der Ammoniak-Nachbehandlung haben
gezeigt, daß die kovalente Bindung zwischen Faser und Farb-
35 stoff bereits während der Verweilzeit ausgebildet worden
ist.

Beispiel 2

Ein durch eine Polyiminharz-Auflage filzfrei ausgerüstetes
Wollgewebe wird mit einer Flotte von 20°C geklotzt, die
5 neben Wasser als weitere Bestandteile noch

10 g/l des Farbstoffs Reactive Blue 19 mit der
C.I.-Nr. 61200,

5 g/l eines Netzmittels auf Basis eines Umsetzungs-
10 produktes von 1 Mol Isotridecylalkohol mit 8 Mol
Ethylenoxid, sowie

20 g/l Natriumbicarbonat

enthält. Die Flottenaufnahme beträgt dabei 85 Gew.-%. Man
15 dockt nunmehr diese Klotzung auf und läßt zur Farbstoff-
Fixierung die Docke 10 Stunden bei Raumtemperatur ver-
weilen, wobei sie langsam rotiert.

Danach wird die hergestellte Färbung bei 40°C mittels Was-
20 ser gründlich gespült und schließlich durch Behandlung mit
Essigsäure neutralisiert.

Man erhält eine egale, echte Brillantblaufärbung der Wolle.

25 Beispiel 3

Ein Woll-Jersey aus chlorierter Wolle wird wie folgt ge-
färbt:

30 Klotzen bei Raumtemperatur (25°C) und bei 100 Gew.-% Flot-
tenaufnahme mit einer wäßrigen Flotte aus

30 g/l des Farbstoffs Reactive Black 5 mit der
C.I.-Nr. 20505,

35 5 g/l des in Beispiel 1 verwendeten Netzmittels und
20 g/l Natriumbicarbonat.

Danach Aufdocken der feuchten Ware und Verweilen derselben bei Raumtemperatur während 20 Stunden bei langsam rotierender Kaule.

- 5 Die ammoniakalische Nachbehandlung der gefärbten Wollfasern erfolgt wie in Beispiel 1.

Man erhält auf dem Textilgut eine gleichmäßige Anthrazitfärbung mit guten Echtheitseigenschaften.

10

Beispiel 4

Ein Gewebe aus chlorierter Wolle wird geklotzt mit einer wäßrigen Flotte der nachstehenden Zusammensetzung:

15

- 15 g/l des Farbstoffs Reactive Blue 2 mit der C.I.-Nr. 61211,
- 5 g/l eines nichtschäumenden, anionischen Netzmittelgemisches, sowie
- 20 g/l Natriumbicarbonat.

20

Die Klotztemperatur beträgt 25°C, die Flottenaufnahme beläuft sich auf 100 Gew.-%. Nach dem Aufdocken wird die geklotzte Warenbahn mit langsam rotierender Kaule 16 Stunden bei Raumtemperatur gelagert und sodann wie in Beispiel 2

25 beschrieben fertiggestellt.

Man erhält eine gleichmäßige Blaufärbung des Gewebes.

Patentansprüche:

1. Klotz-Kaltverweil-Verfahren zum Färben von Wolle mit
Reaktivfarbstoffen, dadurch gekennzeichnet, daß man
das Fasermaterial mit die gelösten Reaktivfarbstoffe
aufweisenden wäßrigen Flotten bei einem pH-Wert
5 zwischen 7 und 9 klotzt und sodann diese Klotzung
zwecks Farbstoff-Fixierung im feuchten Zustand 6 bis 24
Stunden bei Temperaturen bis maximal 25°C, vorzugsweise
im Bereich von Raumtemperatur, unter den hergebrachten
schwach alkalischen Bedingungen verweilen läßt.
- 10 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß
man in den Klotzflotten als Fixieralkali Natriumbicarbonat
in Mengen von 5 g/l bis 40 g/l, vorzugsweise 20 g/l
einsetzt.
- 15 3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet,
daß die Klotzflotten keinen Harnstoff enthalten.
- 20 4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis
3, dadurch gekennzeichnet, daß man durch Chlorierung
vorbehandelte, oder mit einer Auflage aus einem Poly-
iminharz oder einem Polyacrylharz versehene, filzarm
oder filzfrei ausgerüstete Wolle färbt.