

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: **86101937.0**

22 Anmeldetag: **15.02.86**

51 Int. Cl.⁴: **D 06 P 3/14**
D 06 P 5/02
//D06P1/653, D06P1/673

30 Priorität: **26.02.85 DE 3506654**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
03.09.86 Patentblatt 86/36

84 Benannte Vertragsstaaten:
BE DE FR GB NL SE

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

72 Erfinder: **Röstermundt, Karlheinz**
Weidfeldstrasse 38
D-6236 Eschborn 2(DE)

72 Erfinder: **Figge, Paul Gerhard**
Am Ringelbusch 15
D-5600 Wuppertal 1(DE)

54 **Niedertemperatur-Färbeverfahren für Wollfasern.**

57 Nach den in der Praxis eingeführten Methoden ist es nicht möglich, Wolle bei Temperaturen unterhalb 80°C in mittleren und tiefen Tönen mit Reaktivfarbstoffen zu färben, so daß daraus befriedigende Echtheitseigenschaften der auf diesem Weg hergestellten Färbungen resultieren. Um aber ein solches Färbeverfahren auch für die Anwendung in Haushaltswaschmaschinen zugänglich zu machen, muß bei einem noch niedrigeren Temperaturbereich gefärbt werden können. Erfindungsgemäß wurde nun gefunden, daß sich normales Wollfasermaterial mit Reaktivfarbstoffen unter Zusatz von 4 bis 10% anorganischer oder organischer Säuren, d.h. bei pH-Werten von 1,8 bis 3,5, vorzugsweise 2,4 bis 3, bei Temperaturen zwischen 55° und 70°C egal und echt färben läßt.

Niedertemperatur-Färbeverfahren für Wollfasern

Die vorliegende Erfindung betrifft das Färben von Wolle mit sulfogruppenhaltigen Reaktivfarbstoffen nach der Auszieh-methode.

- 5 Bisher hat es auf dem Gebiet der Textilfärberei an Versuchen nicht gefehlt, Wollfärbungen nach dem Ausziehverfahren bei Temperaturbedingungen unterhalb des Siedepunktes des Behandlungsmediums herzustellen. So ist beispielsweise in der deutschen Auslegeschrift DE-B-28 45 516 ein Verfahren mit
10 dieser Zielrichtung beschrieben, gemäß dem Metallkomplexfarbstoffe mit maximal zwei Sulfogruppen aus wässrigem Milieu bei pH-Werten von etwa 5 sowie Temperaturen zwischen 70° und 85°C in Gegenwart hoher Mengen an Neutralsalzen auf das Textilgut gefärbt werden. Allerdings ist diese bekannte Ar-
15 beitsweise auf die Behandlung von filzfrei ausgerüsteten Wollfasern beschränkt, die ein stärkeres Ziehvermögen für den eingesetzten Farbstofftyp aufweisen als unbehandelte Wolle. Der eigentliche, hierbei in der Praxis angewandte engere Temperaturbereich erstreckt sich von 77° bis 80°C.
20 Eine ammoniakalische Nachbehandlung der fertigen Färbung ist in diesem Falle jedoch zweckmäßig, um nicht fixierte Farbstoffanteile von der Faser zu entfernen.

- Sinn und Zweck der vorliegenden Erfindung ist es, ein
25 Niedrigtemperatur-Färbeverfahren zu entwickeln, mit dessen Hilfe es auf verhältnismäßig einfache Art sowie ohne hohen Aufwand gelingt, gewöhnliche, d.h. mit einer Antifilzausrüstung nicht vorbehandelte Wollfasern, die normalerweise unterhalb von 80°C ein nur geringes Ziehvermögen für die
30 wichtigsten, auf die Faser permanent zu applizierenden Behandlungsmittel aufweisen, mit Reaktivfarbstoffen bei

noch niedrigeren Temperaturen als im herkömmlichen Falle bei Einsatz von Metallkomplexverbindungen, beispielsweise im Bereich zwischen 60° und 75°C, echt zu färben und damit einem ganz großen Personenkreis, der nicht nur die Textil-
5 industrie erfaßt, nämlich auch Einzelhaushalten, eine breit anwendbare Färbetechnik für Wollartikel zu erschließen. Ein derartiges Vorgehen erschien der einschlägigen Fachwelt jedoch nicht realisierbar, zumal nach den Verfahrensweisen gemäß Stand der Technik es als nahezu ausgeschlossen galt,
10 Wolle durch Ausziehen bei Temperaturen unterhalb 80°C sowie sauren Bedingungen mit Reaktivfarbstoffen in mittleren und tiefen Tönen zu färben, so daß daraus Färbungen auf dem Textilgut mit befriedigenden Echtheitseigenschaften resultieren.

15

Die zuvor dargelegte Aufgabe wird erfindungsgemäß nunmehr dadurch gelöst, daß man auf das Fasermaterial aus Wolle oder wollhaltigen Fasermischungen eine die gelösten Reaktivfarbstoffe aufweisende wäßrige Flotte unter Zusatz von
20 4 bis 10 % (bezogen auf das Gewicht der trockenen Wolle) mindestens einer Säure und/oder sauren Salzes bei Temperaturen zwischen 55° und 70°C, bevorzugt zwischen 60° und 68°C, zur Einwirkung bringt.

25 Nach der vorliegenden Erfindung ist der Ausziehfarbevorgang innerhalb von 45 bis 90 Minuten beendet. Die erzielbaren Färbungen sind einwandfrei egal und echt durchgefärbt. Man hat in dieser Hinsicht nicht voraussehen können, daß die Einstellung ganz bestimmter saurer Bedingungen durch den
30 Säurezusatz auf pH-Werte von 1,8 bis 3,5, vorzugsweise 2,4 bis 3, eine Temperatursenkung beim neuen Färbeverfahren gestattet. Dabei ist die Erniedrigung der Färbetemperatur erheblich.

Gegenüber den auf diesem Arbeitsgebiet gängigen Färbetechniken liegt die Überlegenheit des beanspruchten Verfahrens auf der Hand. Bislang sind Färbungen von Wolle mit Reaktivfarbstoffen nach dem Ausziehprozeß durchweg im siedenden
5 Behandlungsbad vorgenommen worden. Während nun aber Wolle im Zuge einer solchen Maßnahme gerade bei Kochtemperatur, insbesondere bei Vorliegen kurzer Flottenverhältnisse, leicht zum Filzen neigt, so tritt unter den erfindungsgemäßen Bedingungen aufgrund der Anwendung von niedrigen
10 Ausziehtemperaturen ein Filzen oder sogar Verfilzen der Wolle erst überhaupt nicht ein.

Die Vorteile des neuen Verfahrens sind darüber hinaus hervorragendes Ausziehen des Färbebades, Egalität der gefärbten
15 Wolle, Faserschonung und Energieeinsparung. Das Echtheitsniveau der Färbungen ist bei Einsatz von Reaktivfarbstoffen naturgemäß höher als zum Beispiel im Falle von Säurefarbstoffen oder Walkfarbstoffen. Mit Hilfe von Reaktivfarbstoffen kann nach der Erfindung auf Wolle aber auch
20 die gesamte Farbtonpalette erzeugt werden; es lassen sich damit sowohl brillante, als auch gedeckte Farbtöne herstellen.

Zum Unterschied davon bestehen die Nachteile des Verfahrens gemäß Stand der Technik aus der DE-B-28 45 516 darin, daß
25 bei Verwendung von Metallkomplexfarbstoffen keine brillanten Farbtöne zu erzielen sind. Außerdem können Metallkomplexfarbstoffe im Ausziehverfahren bei Temperaturen um 60°C gar nicht gefärbt werden: Einmal reicht das unter diesen Be-
30 dingungen sehr geringe Ziehvermögen dieser Farbstoffklasse nicht aus, um zu wirtschaftlichen Färbungen zu gelangen, und dann ist die Egalität des in einem solchen Fall geringen Anteils an aufgezogenem Farbstoff völlig ungenügend. Nicht vergessen werden darf, daß im Zusammenhang mit Metall-

komplexfarbstoffen eine eventuelle Abwasserbelastung durch den Metallgehalt stärker ins Gewicht fällt, als bei Gebrauch von Reaktivfarbstoffen für diese Aufgabe.

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

- Zur Einstellung saurer pH-Bedingungen werden verfahrens-
gemäß sowohl organische als auch anorganische Säuren bzw.
Salze davon in Betracht gezogen. Von den verwendeten orga-
15 nischen Säuren sind zu nennen: Weinsäure (8 %), Bernstein-
säure (10 %), Amidosulfonsäure (7 %); an anorganischen
Säuren kommen Schwefelsäure (4 %) bzw. als Salz Kalium-
hydrogensulfat (9 %) in Frage. Die in Klammern stehenden
Zahlen sind die vorwiegend eingesetzten Mengen an solchen
20 sauren Mitteln, bezogen auf das Warengewicht.

- Bei der Durchführung der Färbeoperation werden im allge-
meinen die für das Färben von Wolle mit Reaktivfarbstoffen
üblichen Egalisierhilfsmittel von nichtionischer oder anio-
25 nischer Natur, z.B. Alkylenoxid-Addukte an Fettamine oder
Kondensationsprodukte aus Naphthalinsulfonsäuren und Form-
aldehyd, mitverwendet.

- Die sich beim beanspruchten Färbeverfahren ergebenden Echt-
30 heitseigenschaften der hergestellten Färbungen entsprechen
denen von Walkfarbstoffen, wenn keine Nachbehandlungsopera-
tion nach Beendigung des Färbevorgangs angeschlossen wird.
Mit einer auf die eigentliche Färbeoperation folgenden
Nachbehandlung, welche ohne vorherige Zwischentrocknung der
35 Färbung bei pH-Werten von 8 bis 9, vorzugsweise pH 8,5, und
bei Temperaturen von 40° bis 70°C für die Dauer von 10 bis

20 Minuten, bevorzugt 15 Minuten stattfindet, wird ein Echtheitsniveau erreicht, das mit dem von Färbungen mit ausgewählten Reaktivfarbstoffen, gefärbt unter Kochtemperaturbedingungen, übereinstimmt. Durch diese gegebenenfalls ergänzende Maßnahme wird die gefärbte Ware dem Einfluß von schwach alkalischem Milieu ausgesetzt, was sich im gegebenenfalls frischen, wäßrigen Bad unter Mitwirkung von 1 bis 2 g/l Soda oder mittels einer verdünnten wäßrigen Lösung von Ammoniak bewerkstelligen läßt. Die angewendete Menge an Ammoniak schwankt hierbei zwischen 0,1 und 3 cm³/l, vorzugsweise werden 0,5 bis 2 cm³/l Ammoniak (25 %ig) zugegeben.

Das Niedrigtemperatur-Färbeverfahren für Wollfasern nach der vorliegenden Erfindung kommt in der Hauptsache auf normale, d.h. nicht filzfrei oder filzarm ausgerüstete Wolle oder solcherart aufgebaute Fasermischungen zur Anwendung.

Eine besonders vorteilhafte Ausführungsform des neuen Färbeverfahrens besteht darin, daß die Färbeoperation in einer normalen Haushaltswaschmaschine durchgeführt wird. Die erforderlichen Säuremengen, Farbstoffe und Hilfsmittel werden dabei über die Waschmittelzugabe dem eigentlichen Waschbehälter zugeführt. Auf diese Weise kann man ohne Schwierigkeiten Fertigteile wie Kleidungsstücke, Pullover, Westen usw. umfärben bzw. neu färben. Da jede Waschmaschine im Haushalt ein Waschprogramm für eine "60°C-Wäsche" aufweist, wird mit Hilfe der zugeschalteten Wollbehandlung jedes Filzen des Färbeguts vermieden. Die genannten Reaktivfarbstoffe werden in handelsüblicher Form und Beschaffenheit eingesetzt:

In den nachstehenden Ausführungsbeispielen beziehen sich Prozentangaben auf das Warengewicht. Die genannten Reaktivfarbstoffe werden in handelsüblicher Form und Beschaffenheit eingesetzt:

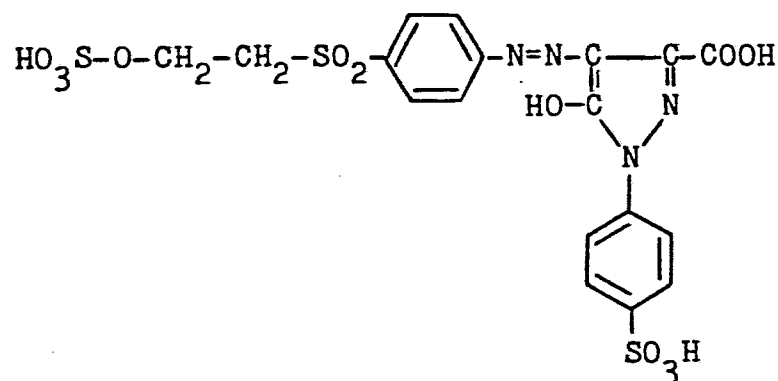
Beispiel 1

Wollmusselin wird bei einem Flottenverhältnis von 1:20 mit einer wäßrigen Flotte von 20°C, welche

- 0,5 % eines Umsetzungsproduktes von 1 Mol Stearylamin mit
- 5 12 Mol Ethylenoxid,
- 4 % Schwefelsäure (96 %ig) und
- 10 % wasserfreies Natriumsulfat

enthält und der geringfügige Mengen eines Entschäumers auf Basis von Triisobutylphosphat zugesetzt sind, 10 Minuten lang behandelt, bis die Ware gut durchgenetzt ist. Dann gibt man zu dieser farbstoff-freien Flotte noch eine wäßrige Lösung von

- 15 1,2 % des Reaktivfarbstoffes der Formel



- 25 hinzu, heizt das Färbebad samt Ware in einem Zuge auf 60°C auf (ohne das sonst bei Wollfärbungen übliche langsame Erwärmen um 1°C pro Minute) und färbt das Textilgut 1 Stunde lang bei dieser Temperatur.

- 30 Das auf diese Weise gefärbte Wollmaterial wird danach in einem frischen, wäßrigen Bad unter Zusatz von 1,5 g/l Soda 20 Minuten lang bei 70°C nachbehandelt, mit Wasser warm und kalt gespült sowie fertiggestellt.

Man erhält auf der Wolle eine satte, volle Gelb-Färbung, die sehr gute Waschechtheitseigenschaften bei der mechanischen Wäsche nach DIN 54 014 (40°C) sowie nach DIN 54 013 (50°C) und eine gute alkalische Schweißechtheit nach DIN 54 020 aufweist.

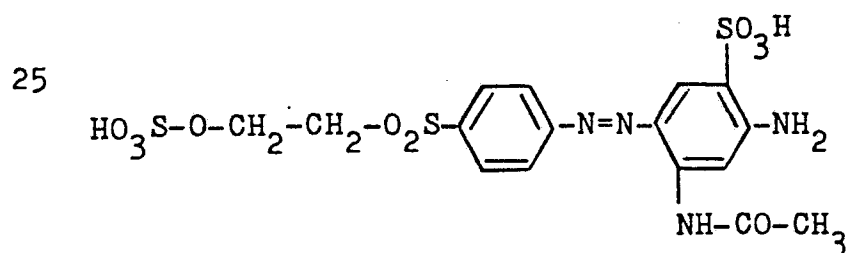
Beispiel 2

Ein Flanell-Gewebe aus reiner Wolle wird 10 Minuten lang bei einem Flottenverhältnis von 1 : 30 mit einer wäßrigen Flotte von 25°C, enthaltend

0,5 % eines Umsetzungsproduktes von 1 Mol Stearylamin mit 12 Mol Ethylenoxid,
 9 % Kaliumhydrogensulfat und
 10 % wasserfreies Natriumsulfat

sowie geringe Mengen von Triisobutylphosphat als Entschäumer, vorgeetzt. Dann beschickt man diese farbstofffreie Flotte noch mit einer wäßrigen Lösung von

1,4 % des Reaktivfarbstoffes der Formel



30

heißt das Färbebad samt Ware auf 65°C auf und färbt das Textilgut 1 Stunde lang bei dieser Temperatur. Die so erstellte Färbung wird abschließend in einem frischen,

35

- 8 -

wässrigen Bad mit Hilfe von 1 g/l Soda 20 Minuten lang bei 70°C nachbehandelt und mit Wasser warm und kalt gespült.

Man erhält auf dem Wollgewebe eine goldgelbe Färbung mit sehr guten Waschechtheitseigenschaften.

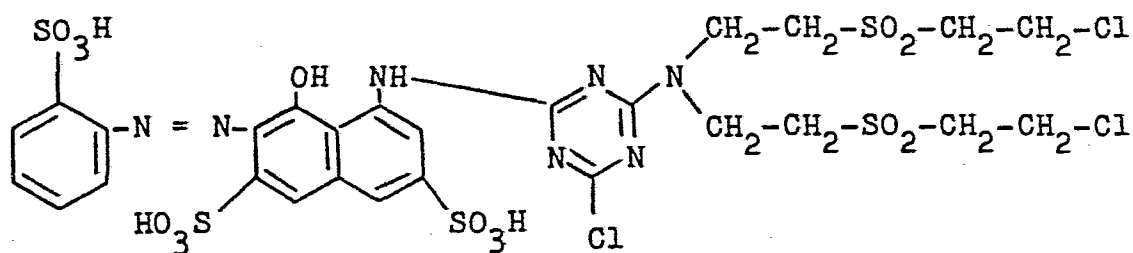
Beispiel 3

Ein naturfarbener Wollpullover wird im Vorwaschgang einer Haushaltswaschmaschine auf herkömmliche Weise bei 30°C vorgewaschen. Dann fügt man der hierauf folgenden, neuen Maschinenfüllung in Form einer blinden, wässrigen Flotte

0,5 % eines Umsetzungsproduktes von 1 Mol Stearylamin mit
12 Mol Ethylenoxid,
10 % Bernsteinsäure,
8 % wasserfreies Natriumsulfat und
1,8 % des Reaktivfarbstoffes der Formel

20

25



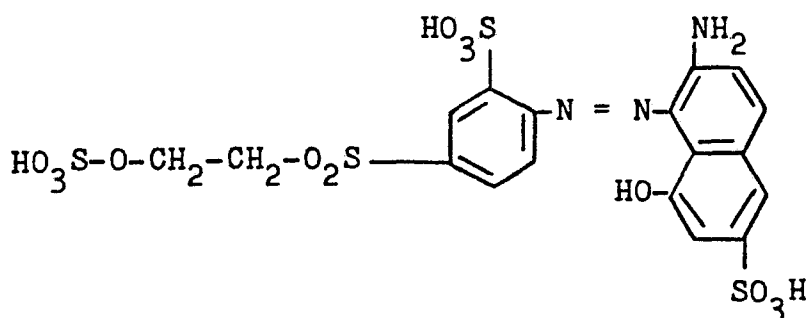
sowie als weitere Beimischung noch geringe Mengen eines
Entschäumers auf Basis von Triisobutylphosphat hinzu,
stellt die Automatik der Maschine auf eine Temperatur

von 60°C ein und läßt den Färbevorgang 1 Stunde lang unter diesen veränderten Bedingungen weiterlaufen.

Danach pumpt man die in der Waschmaschine verbliebene, fast klare Flotte ab, behandelt den so gefärbten Artikel 20 Minuten lang bei 70°C im wäßrigen Bad unter Zusatz von 1 g/l Soda nach und spült diesen mit Wasser.

Man erhält einen leuchtend rot gefärbten Pullover mit sehr guten Wasch- und Schweißechtheitseigenschaften.

Ähnliche Ergebnisse wie oben bei einer Bordo-Färbung des Wollartikels, erhält man unter Verwendung von 1,2 % des Reaktivfarbstoffes der Formel



anstelle des dort eingesetzten Rotfarbstoffes, sofern die übrigen Färbebedingungen eingehalten werden.

Beispiel 4

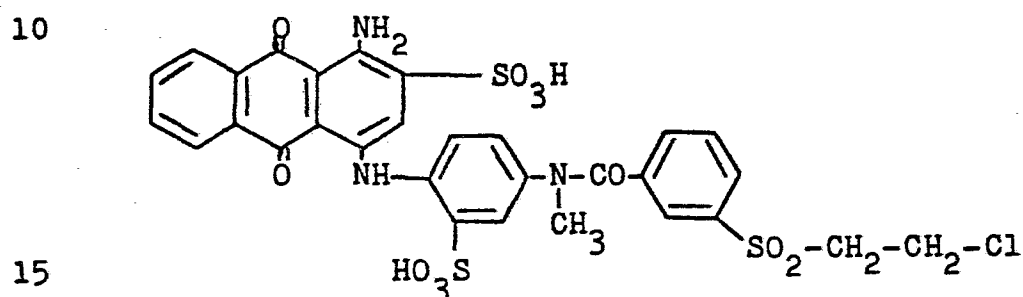
Ein non-woven-Wolltuch wird auf einer Haspelkufe bei einem Flottenverhältnis von 1 : 12 gefärbt. Hierzu läßt man die Ware 10 Minuten lang durch eine

0,5 % eines Umsetzungsproduktes von 1 Mol Stearylamin mit 12 Mol Ethylenoxid,

- 8 % Weinsäure und
10 % wasserfreies Natriumsulfat

enthaltende wäßrige Flotte von 23°C vorlaufen, der geringe
5 Mengen von Triisobutylphosphat als Entschäumer zugesetzt
sind. Anschließend gibt man eine wäßrige Lösung von

2,5 % des Reaktivfarbstoffes der Formel



zu dieser farbstoff-freien Flotte und färbt das Tuch in
dem so zubereiteten Bad sodann 60 Minuten lang bei 68°C.
20 Eine Nachbehandlung des in dieser Weise behandelten
Materials in einem frischen, wäßrigen Bad von 50°C mittels
2 % (vom Warengewicht) wäßriger Ammoniak-Lösung (25 %ig)
und von 20 Minuten Dauer samt nachfolgendem warmen und kal-
ten Spülen mit Wasser schließt den Färbeprozess ab.

25

Es resultiert auf dem einwandfrei durchgefärbten non-woven-
Artikel eine Blau-Färbung mit sehr guten Echtheitseigen-
schaften.

30 Beispiel 5

Wollgarn wird in einem Kreuzspulenfärbeapparat bei einem
Flottenverhältnis von 1 : 15 gefärbt. Hierzu läßt man durch
das aufgespulte Garn 10 Minuten lang eine

35

0,5 % eines Umsetzungsproduktes von 1 Mol Stearylamin mit
12 Mol Ethylenoxid,

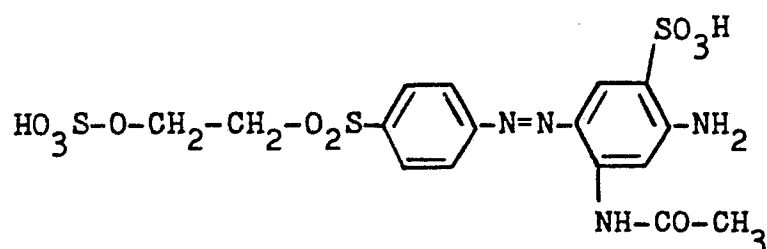
7 % Amidosulfonsäure und

9 % wasserfreies Natriumsulfat

5

enthaltende wäßrige Flotte von 22°C zirkulieren, die gering-
fügige Anteile von Triisobutylphosphat als Entschäumer auf-
weist. Anschließend gibt man eine wäßrige Lösung von
1 % des Reaktivfarbstoffes der Formel

10

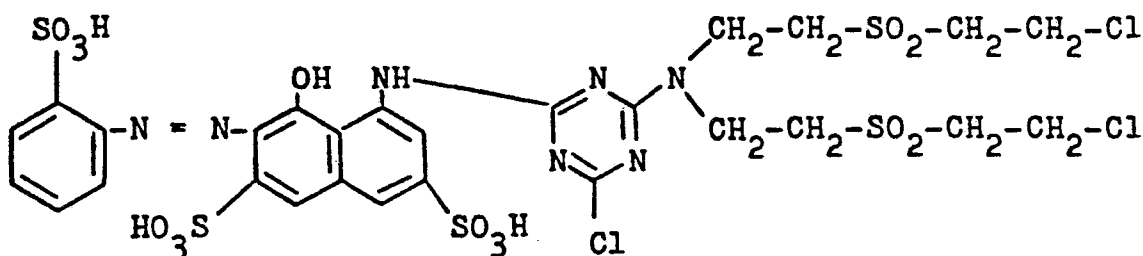


15

und

3 % des Reaktivfarbstoffes der Formel

20



25

zu dieser farbstoff-freien Flotte und färbt darin das Woll-
garn 60 Minuten lang bei 64°C. Eine Nachbehandlung der so
gefärbten Garnspulen in einem frischen, wäßrigen Bad von
60°C unter Zusatz von 1,7 g/l Soda und von 15 Minuten Dauer
samt nachfolgendem warmen/kalten Spülen mit Wasser schließt
den Färbevorgang ab.

30

Es resultiert auf der tadellos durchgefärbten Ware eine sehr brillante, leuchtende Scharlachfärbung mit sehr guten Echtheitseigenschaften.

5 Beispiel 6

Wollgarn wird in einem Stranggarn-Färbeapparat bei einem Flottenverhältnis von 1 : 6 gefärbt. Hierzu läßt man die Ware 10 Minuten lang mit einer

10

0,5 % eines Umsetzungsproduktes von 1 Mol Stearylamin mit 12 Mol Ethylenoxid,

10 % Bernsteinsäure und

10 % wasserfreies Natriumsulfat

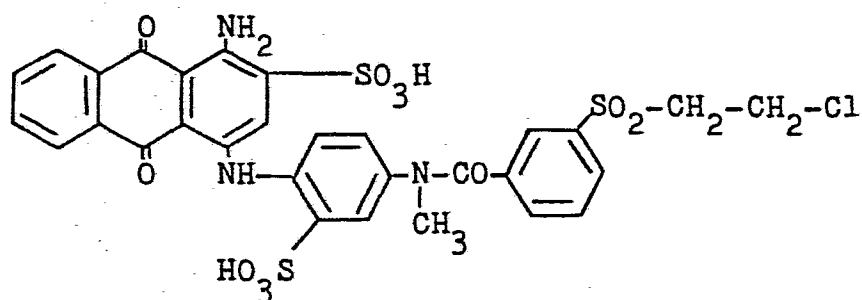
15

enthaltenden wäßrigen Flotte von 22°C vorlaufen, der geringe Mengen eines Entschäumers auf Basis von Triisobutylphosphat beigemischt sind. Anschließend gibt man eine wäßrige Lösung von

20

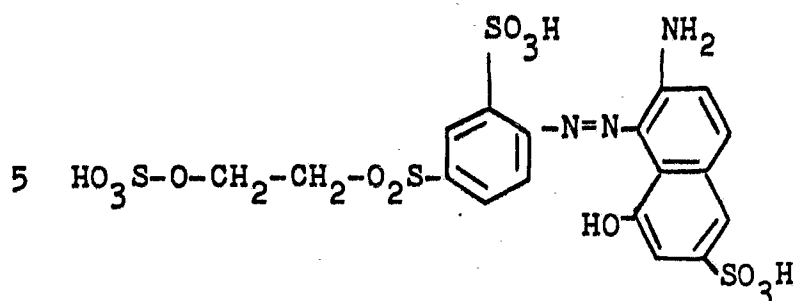
0,4 % des Reaktivfarbstoffes der Formel

25



30

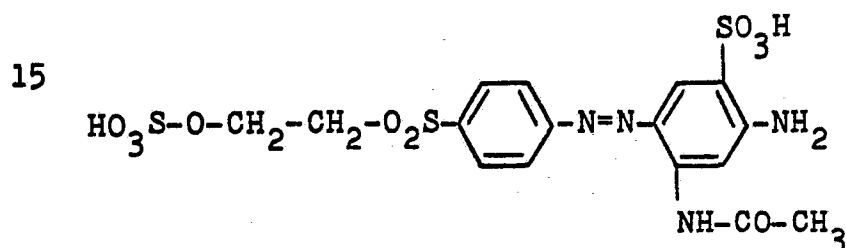
0,3 % des Reaktivfarbstoffes der Formel



und

10

0,5 % des Reaktivfarbstoffes der Formel



20 zu dieser farbstoff-freien Flotte und färbt darin die Ware
60 Minuten lang bei 64°C. Eine Nachbehandlung des in die-
ser Weise gefärbten Textilguts in einem frischen, wässrigen
Bad von 65°C unter Mitwirkung von 1,6 g/l Soda bei 15
Minuten Dauer samt nachfolgendem warmen/kalten Spülen mit
25 Wasser schließt den Färbevorgang ab.

Es resultiert auf dem Garn eine Braun-Färbung mit sehr
guten Echtheitseigenschaften.

30

PATENTANSPRÜCHE:

HOE 85/F 031

1. Verfahren zum Färben von Wolle mit sulfogruppenhaltigen Reaktivfarbstoffen nach der Ausziehmethode, dadurch gekennzeichnet, daß man auf das Fasermaterial eine die gelösten Reaktivfarbstoffe aufweisende wäßrige Flotte unter Zusatz von 4 bis 10 % (bezogen auf das Gewicht der trockenen Wolle) mindestens einer Säure und/oder sauren Salzes bei Temperaturen zwischen 55° und 70°C zur Einwirkung bringt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Färbeoperation bei Temperaturen zwischen 60° und 68°C durchführt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die Färbungen nach Beendigung der eigentlichen Färbeoperation einer alkalischen Nachbehandlung im wäßrigen Bad bei pH-Werten von 8 bis 9 sowie bei Temperaturen von 40° bis 70°C unterzieht.
4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man als Säurezusatz in der Ausziehflotte anorganische Säuren verwendet.
5. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man als Säurezusatz in der Ausziehflotte organische Säuren verwendet.
6. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man mit einer Antifilzausrüstung nicht vorbehandelte Wolle färbt.
7. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man die Färbeoperation in einer Haushaltswaschmaschine durchführt.