

①②

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑦① Anmeldenummer: 86105469.0

⑤① Int. Cl.⁴: **D 06 P 3/66**
D 06 P 1/00, D 06 P 3/82

⑦② Anmeldetag: 21.04.86

③① Priorität: 29.04.85 DE 3515407

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
05.11.86 Patentblatt 86/45

⑧④ Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR GB IT LI SE

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

⑦② Erfinder: **Hähnke, Manfred, Dr.**
Behringstrasse 13
D-6233 Kelkheim (Taunus)(DE)

⑦② Erfinder: **Canora, Pablo**
Bornstrasse 2
D-6238 Hofheim am Taunus(DE)

⑤④ Verfahren zum egalen Färben von Cellulosefasern mit Reaktivfarbstoffen.

⑤⑦ In der Praxis ist ein isothermes Färbeverfahren bekannt, bei welchem dem neutralen Färbebad linear oder progressiv programmgesteuert das zur Farbstoff-Fixierung nötige Alkali zugegeben wird. Bei diesem Verfahren wird mit der Dosierung einer kleinen Alkalimenge pro Zeiteinheit begonnen und dieser Alkalizusatz progressiv und programmiert gesteigert. Es wird hierbei eine gewisse (nicht steuerbare) Anfangsphase durchlaufen, bis die Farbstoff-Fixierung auf der Cellulose beginnt. In der Folge erreicht die Fixiergeschwindigkeit ein Maximum, um dann langsam auszuklingen, wobei der Färbeendzustand erreicht wird. Um die Anfangsphase (Wartezeit) der Farbstoff-Fixierung abzukürzen, und um die Farbstoff-Fixierung während des steilsten Verlaufs zu verlangsamen hat es sich nach der Erfindung als vorteilhaft erwiesen, die Alkalidosierung nach einem parabolisch verlaufenden Programm vorzunehmen.

1

Verfahren zum egalieren Färben von Cellulosefasern mit
Reaktivfarbstoffen

Das Färben von Textilmaterial aus Cellulosefasern durch
5 Ausziehen von alkalisch fixierenden Reaktivfarbstoffen aus
wäßrigem Medium ist das mit Abstand größte und wichtigste
Einsatzgebiet für diese Farbstoffklasse und geschieht ent-
sprechend den bisherigen Arbeitsweisen gewöhnlich im
"All-in-Verfahren" oder in einem "Vorlauf-Verfahren" oder
10 in einem "Stufen-Verfahren", welche sich hinsichtlich der
Art der Verfahrensführung voneinander unterscheiden. Dabei
wird der Tatsache Rechnung getragen, daß ein sehr hohes
Unegalitätsrisiko dann gegeben ist, wenn bei einer Reak-
tivfärbung der Farbstoff und Elektrolyt enthaltenden Flot-
15 te bei Färbetemperatur das gesamte zur Fixierung benötigte
Alkali auf einmal zur Verfügung steht, wodurch ein rapider
Fixieranstieg des Farbstoffes resultiert.

Um einer unerwünscht schnellen Fixierung des Farbstoffes
20 in der Anfangsphase der Färbung entgegenzuwirken, wird
deshalb beim praxisüblichen "All-in-Verfahren" die gesamte
Menge an Farbstoff, Salz, Alkali sowie ggf. ein Textil-
hilfsmittel bei niedriger Temperatur (Raumtemperatur) in
die mit dem Ausziehbad samt Textilgut beschickte Färbema-
25 schine eingespeist; daraufhin wird der so vorbereitete An-
satz auf die vorgesehene Färbetemperatur erhitzt und die
eingeleiteten Maßnahmen zur Colorierung der Ware werden
nun eine gewisse Zeit lang unter den eingestellten Tempe-
raturbedingungen zu Ende gebracht, wobei die Fixierung
30 erfolgt. Nach diesem Verfahren erzielt man mit schnell fi-
xierenden Farbstoffen im Falle des Vorhandenseins von sonst
schwierigen Material- und/oder Maschinenverhältnissen oft
nur eine ungenügende Egalität der Färbung.

Aufgrund dieses unbefriedigenden färberischen Ergebnisses hat es daher nicht an Versuchen gefehlt, anstelle einer besonderen Temperaturführung der Behandlungsoperation nunmehr für die Steuerung des Fixierverlaufes (d.h. der Reaktionsgeschwindigkeit) die Bemessung der Alkalizugaben heranzuziehen und - in Abwandlung der zuvor erwähnten Färbetechnik - für die gestellte Aufgabe ein "Vorlauf-Verfahren" (Einbringen von Farbstoff und Salz in die das Textilmaterial aufweisende Flotte bei Raumtemperatur und sodann, nach dem Aufheizen auf Färbetemperatur, des Fixieralkalis in mehreren Portionen sowie nach bestimmten Zeitabständen) oder ein "Stufen-Verfahren" (der unter Fixierbedingungen stehenden heißen Flotte enthaltend Ware und Farbstoff werden zunächst das Salz und ein relativ schwaches Alkali und erst später, portionsweise in 1-3 Stufen, das stärkere Alkali zur Endfixierung beigelegt) zu entwickeln, um eine egalere Färbung zu bewerkstelligen. Dieses Vorhaben wurde jedoch hiermit nur graduell erreicht, meistens unter Inkaufnahme verlängerter Gesamtfärbezeiten, gleichbedeutend mit verringerter Produktionsleistung.

Darüber hinaus wird mit dem Bestreben zur Erlangung guter Egalität in der USA-Patentschrift US-A-4,372,744 ein weiteres Färbeverfahren beschrieben, bei dem - anders als im zuvor besprochenen Stand der Technik - der Farbstoff bei Fixiertemperatur in das neben dem cellulosischen Textilgut noch das Alkali, Elektrolyt und ggf. ein Textilhilfsmittel enthaltende Färbebad in solchen Mengen eindosiert wird, daß jeweils, d.h. während der gesamten Färbedauer, weniger als 10 % des am Ende der Färbung auf der Faser fixierten Farbstoffes in reaktiver Form aber unfixiert im Färbebad vorliegen. Dieses Verfahren ist indessen für eine Anwendung in der Praxis nicht gut geeignet, weil eine laufende Messung/Kontrolle der Konzentration von reaktivem Farbstoff im Färbebad mit einem außerordentlich hohen Aufwand (HPLC oder coloristische Ausprüfung durch separate Reihenversuche) verbunden werden müßte.

Des weiteren ist aus der südafrikanischen Patentschrift ZA-A-84/1967 ein isothermes Färbeverfahren bekannt und in der Praxis im Gebrauch, gemäß welchem bei Färbetemperatur einem den Farbstoff, Elektrolyt, ggf. ein Textilhilfsmittel und das cellulosische Textilgut enthaltenden, wäßrigen Färbebad kontinuierlich das zur Fixierung des Reaktivfarbstoffes benötigte Alkali zudosiert wird. Die Dosierung des Alkalis erfolgt hierbei automatisch; es wird mit einer kleinen Alkalimenge pro Zeiteinheit begonnen und diese Alkalizugabe wird im Verlauf des Dosiervorganges entsprechend einem bestimmten Programm zunehmend gesteigert. Die Progression des Zudosierens kann zwischen 0 % (linear) und 100 % (exponentiell bzw. logarithmisch) in 10 %-Schritten gesteuert werden. Die Dosierzeit kann 30, 60 oder 90 Minuten betragen. (vgl. dazu: "textil praxis international", Band 39 (Mai 1984), Seiten 493-496). Diesem Verfahren haften allerdings immer noch einige Mängel an: Entscheidend für die Fixierung von Reaktivfarbstoffen auf Cellulosefasern ist das Vorliegen eines bestimmten Mindest-pH-Wertes. Arbeitet man nach dem in der ZA-PS 84/1967 beanspruchten Färbeverfahren, so vergeht je nach Zusammensetzung des Färbebades und je nach Programmierung der Alkalidosierung eine nicht bestimmbare (nicht steuerbare) Zeit bis zum Erreichen des "kritischen" pH-Wertes, bei dem die Hauptmenge des Farbstoffes fixiert wird. Diese Wartezeit führt zu einem verlängerten Färbezyklus bzw. zu einer verringerten Produktionsleistung.

Aus diesem Grund bestand ein Bedarf an einer Verbesserung sowie Weiterentwicklung der Maßnahmen zur Optimierung der Verfahrensbedingungen bei der Ausziehfärbung von Cellulosefasern mit Reaktivfarbstoffen, was zugleich die Aufgabe für die vorliegende Erfindung darstellt.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, daß sich die zuvor genannten Mängel beim herkömmlichen Ausziehfärben von Cel-

lulosefasern mit Reaktivfarbstoffen beheben lassen, wenn man die Steuerung der Alkalimengendosierung zum Färbebad nicht ausschließlich mit variabler Progression vornimmt, sondern indem dieser Vorgang mengenmäßig entsprechend
5 einem parabolisch verlaufenden Programm abgewickelt wird. Dadurch ist man vorteilhaft in der Lage, einerseits die Anfangsphase (Wartezeit) der Farbstoff-Fixierung abzukürzen und zum anderen die Farbstoff-Fixierung während ihres steilsten Verlaufs zu verlangsamen (Fixieranstieg in Ab-
10 hängigkeit von Progression und Zeit, illustriert durch graphische Darstellung der Fixierkurve), was sich außerordentlich positiv auf das Warenbild auswirkt.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist somit ein Ver-
15 fahren zum egalten Färben von Textilmaterial aus Cellulosefasern im wäßrigen Medium mit alkalisch fixierbaren Reaktivfarbstoffen nach der Ausziehtechnik, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man das zur Farbstoff-Fixierung erforderliche Alkali in kontinuierlicher oder quasikontinuierlicher Arbeitsweise über eine vorbestimmte Zeitdauer hinweg in einer sich nach Art einer Parabelfunktion richtenden Menge pro Zeiteinheit bemessen dem das Färbegut, wenigstens einen solchen Farbstoff sowie gegebenenfalls alle sonstigen Zutaten, aber kein Fixieralkali enthaltenden Aus-
20 ziehbad bei Fixiertemperatur zudosiert.

Zweckmäßig erfolgt die Durchführung des zuvor erläuterten Verfahrens automatisch mit Hilfe eines computergesteuerten Dosiergerätes (z.B. vom in der ZA-PS 84/1967 abgebildeten
30 Prototyp), welches aufgrund seiner konstruktiven Merkmale befähigt ist, die Alkalidosierung in die unmittelbar unter Fixierbedingungen stehende Flotte entsprechend dem vorgeschriebenen Zugabeschema zu steuern.

35 Nach der vorliegenden Erfindung kann der Zusatz des Fixieralkalis zum alkalifreien Färbebad bei konstanter Tem-

peratur im Bereich von 30-100 °C vorgenommen werden; es besteht aber auch die Möglichkeit, daß man die Temperatur während des eigentlichen Dosiervorgangs erhöht oder senkt. Bevorzugt ist die isotherme Verfahrensweise, wobei je nach
5 Farbstofftyp oder Substratart eine relativ niedrige Temperatur (Bereich um 30-50 °C) oder eine relativ hohe Temperatur (Bereich um 60-100 °C) gewählt wird.

Die erfindungsgemäßen Vorkehrungen zur kontinuierlichen oder
10 angenähert kontinuierlichen Steuerung des auf der Bemessungsgrundlage einer Parabelfunktion beruhenden Zugabemodus sind so zu verstehen, daß zu Beginn des Dosierungsvorgangs eine relativ hohe Menge an Alkali pro Zeiteinheit, dann eine kontinuierlich oder stufenweise bis zu einem Minimum
15 sich verringernde Alkalimenge pro Zeiteinheit, und schließlich eine kontinuierlich oder stufenweise bis zum Verbrauch der gesamten, zur Farbstoff-Fixierung benötigten Menge des Alkalis sich erhöhende Menge an Alkali pro Zeiteinheit in die Färbeflotte eingetragen wird. Die für den besonderen
20 Fall einzuschlagenden Richtlinien für die Programmierung der zuzudosierenden Alkalimenge pro Zeiteinheit hängen vom Typ des Reaktivfarbstoffes bzw. dessen Reaktivankers, von der Art des Textilmaterials sowie von der Art der benutzten Färbeapparatur (für ruhende oder für bewegte Ware) ab.
25 Die Charakteristik der anhand eines Diagramms (in Abhängigkeit von Progression und Zeit) versinnbildlichten Dosierkurve kann einen relativ flachen oder relativ steilen Verlauf aufweisen. Der Gesamtdosiervorgang kann im allgemeinen in einer Zeit zwischen 10 und 120 min, bevorzugt
30 zwischen 15 und 60 min abgeschlossen sein, was einen wesentlichen Teil der Gesamtfärbzeit ausmacht.

Für die Erfassung des Verlaufs der Alkalimengendosierung kann man sich rationaler mathematischer Funktionen bedienen,
35 nen, z.B. einer ganzen rationalen Funktion n-ten Grades:

$$y = a_n \cdot x^n + a_{n-1} \cdot x^{n-1} + \dots a_1 \cdot x + a_0$$

wie z.B. der folgenden allgemeinen quadratischen Gleichung:

$$y = ax^2 + bx + c$$

5 oder einer trigonometrischen Funktion:

$$y = b \cdot \sin a \cdot x + c \cdot x$$

Hierbei bedeuten

10

y = zu dosierende Alkalimenge pro Zeiteinheit

x = Zeit

n, a, b, c, = ungleiche oder gleiche reale Zahlen.

- 15 Erfindungsgemäß ist unter einer quasikontinuierlichen Alkalizudosierung eine Arbeitsweise zu verstehen, bei welcher der Zugabemodus für die Alkalimengen über den ganzen Dosierzeitraum gesehen dem Verlauf einer Parabel folgt, bei der jedoch die Maßnahmen zur Dosierung in einzelnen Schüben
- 20 (z.B. analog dem Rhythmus einer Kolbenpumpe) stattfinden oder bei der die Zugaberate jeweils für eine bestimmte Zeit (Sekunden- oder Minutenbereich) konstant bleibt und dann stufenweise auf verringerte oder erhöhte Werte übergeht. Die erfindungsgemäße Alkalidosierung kann also
- 25 auch so vor sich gehen, daß bestimmte konstante Mengeneinheiten des Alkalis in einem solchen Zeittakt zudosiert werden, daß sich über die gesamte Dosierdauer betrachtet der Verlauf einer Parabel ergibt.
- 30 Das zur Farbstoff-Fixierung verfahrensgemäß zu verwendende Alkali kann ein Alkali-hydroxid, -carbonat, -hydrogencarbonat, -phosphat, -metaphosphat, pyrophosphat, -polyphosphat oder eine andere alkalische Substanz oder auch eine Mischung verschiedener dieser Alkalien sein, insbesondere
- 35 die entsprechenden Natriumverbindungen. Die benötigte Men-

ge und Auswahl solcher Alkalien richtet sich nach dem Typ des eingesetzten Reaktivfarbstoffes bzw. dessen Reaktivankers und entspricht den in der Färbereipraxis dafür üblichen Rezepturen.

5

Das erfindungsgemäße Verfahren führt zu einem überraschend günstigen, d.h. gleichmäßigem Verlauf der Farbstoff-Fixierung. Dies bedeutet, daß man den Färbeprozess in einer wesentlich kürzeren Zeit abschließen kann, als dies nach dem
10 bisherigen Stand der Technik möglich war und daß man trotzdem oder zudem noch eine hervorragende Egalität der Färbung erzielt.

Für das Färben von Cellulosefasern bzw. des Cellulosefaserteils von Fasermischungen nach der vorliegenden Erfindung werden als Reaktivfarbstoffe die unter diesem Gattungsbegriff bekannten organischen Farbstoffe - unabhängig von der Art ihrer faserreaktiven Gruppe - in Betracht gezogen. Diese Farbstoffklasse wird im Colour Index, 3.
15 Auflage 1971 sowie Ergänzungen 1975 als "C.I. Reactive Dyes" bezeichnet und umfaßt chemische Verbindungen mit Farbstoffcharakter, die mit OH-gruppenhaltigen Fasern eine kovalente Bindung einzugehen in der Lage sind. Es handelt sich hierbei vorwiegend um solche Farbstoffe, die mindestens eine mit Polyhydroxyfasern reaktionsfähige Gruppe,
25 eine Vorstufe hierfür oder einen mit der Polyhydroxyfaser reaktionsfähigen Substituenten enthalten. Als Grundkörper des chromophoren Systems dieser organischen Farbstoffe eignen sich besonders solche aus der Reihe der Azo-, Anthrachinon- und Phthalocyaninverbindungen, wobei die Azo- und
30 Phthalocyaninfarbstoffe sowohl metallfrei als auch metallhaltig sein können.

Als reaktionsfähige Gruppen und Vorstufen, die solche reaktionsfähige Gruppen bilden, seien beispielsweise Epoxy-

35

gruppen, die Ethylenimidgruppe, die Vinylgruppierung im Vinylsulfon- oder im Acrylsäurerest, ferner die β -Sulfatoethylsulfongruppe, die β -Chlorethylsulfongruppe oder die β -Dialkylamino-ethylsulfongruppe genannt. Außerdem kommen
5 für dieses Verfahren Derivate der Tetrafluorcyclobutyl-Reihe, z.B. der Tetrafluorcyclobutylacrylsäure, in Frage. Als reaktionsfähige Substituenten in Reaktivfarbstoffen dienen solche, die leicht abspaltbar sind und einen elektrophilen Rest hinterlassen. Als Substituenten sind in
10 dieser Hinsicht beispielsweise 1 bis 3 Halogenatome an folgenden Ringsystemen von Interesse: Chinoxalin, Triazin, Pyrimidin, Phthalazin, Pyridazin und Pyridazon. Es können auch Farbstoffe mit mehreren gleich- oder verschiedenartigen Reaktivgruppen verwendet werden, ebenso Kombinationen
15 von Farbstoffen gleichen oder ungleichen Typs. Solche Reaktivfarbstoffe der zuvor definierten Art weisen häufig mehr als eine Sulfonsäuregruppe (außer der in der reaktiven Gruppierung des Farbstoffes) im Molekül auf, welche beliebig über den Chromophor verteilt sein können, bevorzugt
20 aber an dessen aromatische Reste gebunden sind.

Vorzugsweise werden für die Durchführung des beanspruchten Verfahrens Farbstoffe vom Vinylsulfon-Typ eingesetzt, mit denen die Faser nach einem Additionsmechanismus über die
25 Vinylsulfon-Form des Farbstoffes reagiert und die als Reaktivanker entweder den Vinylsulfon-Rest selbst oder die β -Sulfatoethylsulfon-Gruppe besitzen. Ebenso wertvoll als färbende Substanzen sind solche Farbstoffe, welche neben einem Reaktivrest vom Vinylsulfon-Typ oder Vorläufer davon
30 zusätzlich noch mindestens eine mit der Cellulose nach dem Substitutionsmechanismus reagierende Gruppierung aufweisen, z.B. eine Monochlortriazinyl- oder Monofluortriazinyl-Gruppe.

35 Unter den nach der Erfindung zu färbenden Cellulosefasern sind Baumwolle, mercerisierte oder laugierte Baumwolle,

konventionelle Regeneratcellulosefasern, (R) Modal-Fasern
und andere pflanzliche Fasern, wie z.B. Flachs zu verste-
hen. Desgleichen ist das erfindungsgemäße Verfahren für
Mischungen der o.g. Fasern untereinander sowie mit anderen
5 Fasern, wie z.B. Polyester-, Polyamid-, Polyacrylnitril-
Fasern oder Seide, geeignet.

Die Färbung selbst läßt sich in den verschiedenen Verar-
beitungsstadien bzw. Aufmachungsformen des Textilmaterials,
10 wie z.B. als Flocke, als Kammzug, als Garn, als Gewebe, als
Gewirke oder als Vlies bewerkstelligen. Alle für solche
Färbungen im Ausziehverfahren in der Praxis üblichen
Maschinen bzw. Apparate sind für die Durchführung des neuen
Verfahrens einsetzbar.

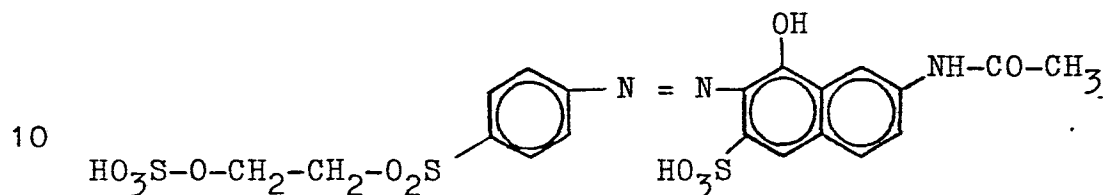
15

Die nachfolgend aufgeführten Beispiele dienen der Erläute-
rung des Erfindungsgedankens und sollen das beanspruchte
Verfahren in keiner Weise einschränken. Die darin enthalte-
nen Prozentangaben beziehen sich auf das Gewicht der so
20 bezeichneten Gegenstände. Die genannten Reaktivfarbstoffe
werden in handelsüblicher Form und Beschaffenheit einge-
setzt.

Beispiel 1

Zur Durchführung einer Ausziehfärbung beim Flottenverhältnis von 1:10 wird eine Jet-Färbemaschine mit 25 kg Baumwoll-Webware sowie mit 250 l Wasser von 40°C beschickt.

- 5 Der so bereitgestellten Flotte werden nun 0,5 kg eines Reaktivfarbstoffes der Formel



- gelöst in etwas heißem Wasser, sowie 12,5 kg Glaubersalz zugegeben und man läßt den Warenstrang anschließend 5 min
 15 bis zur gleichmäßigen Verteilung dieser Zusätze unter gleichzeitiger Zirkulation der Behandlungsflüssigkeit laufen. Sodann wird bei weiterer Flottenumwälzung mit der Zudosierung von insgesamt 527 cm³ konz. Natronlauge (38°Bé) begonnen, wobei man den Dosiervorgang des Fixieralkalis
 20 portionsweise nach gleichen Zeitabständen folgendermaßen gestaltet:

Dosierzeit	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16 min*
Dosierungsmenge		31	21	13	7	3	1	1	3	7	13	21	31	43	57	73	91 111 cm ³ /min

* = Dosierzeit ab Beginn der Dosierung

- 30 Während dieser Maßnahme wird die Temperatur des Ausziehbades konstant bei 40°C gehalten.

- Nach beendetem Eintragen der Natronlauge wird das Textilgut während weiterer 20 min bei der eingestellten Temperatur zu
 35 Ende gefärbt und diese Färbung wird daraufhin durch Spülen, Absäuern, Seifen sowie erneutes Spülen wie üblich fertiggestellt. Man erhält eine Graufärbung mit sehr guter Egalität.

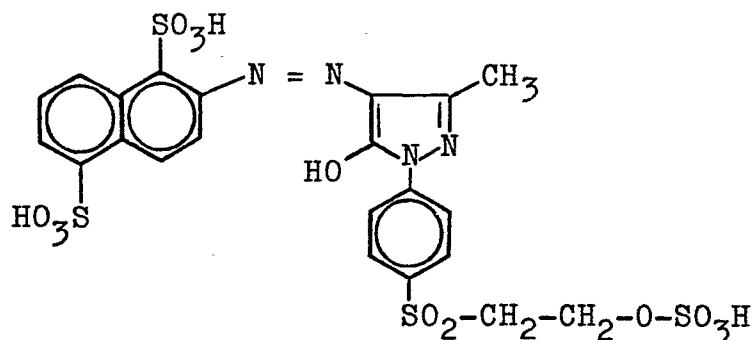
Beispiele 2 bis 15

Verwendet man im Zuge des Färbeprozesses nach Beispiel 1 anstelle des dort durch seine Struktur definierten Reaktivfarbstoffes hier jeweils einen der nachstehend genannten Reaktivfarbstoffe und beläßt die sonstigen Färbbedingungen unverändert, dann werden ebenfalls völlig egale Färbungen erzielt:

Bsp. Reaktivfarbstoff der Formel

10

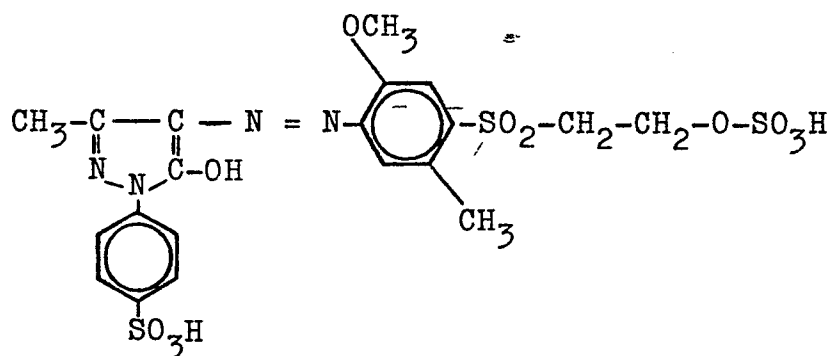
Nr. 2



15

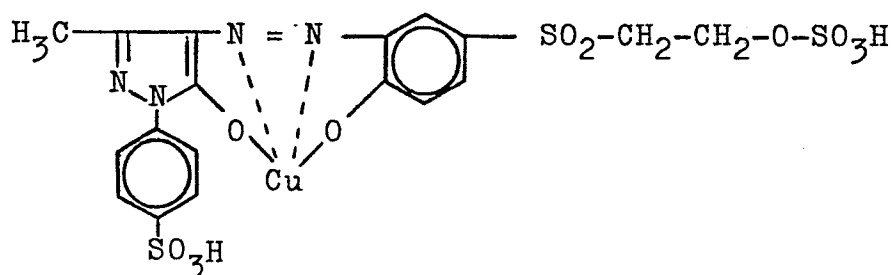
20

Nr. 3



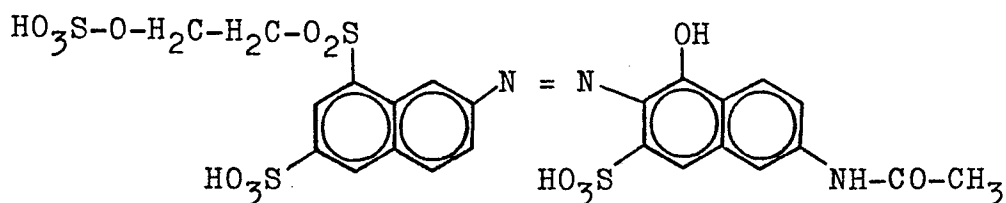
25

Nr. 4



30

Nr. 5

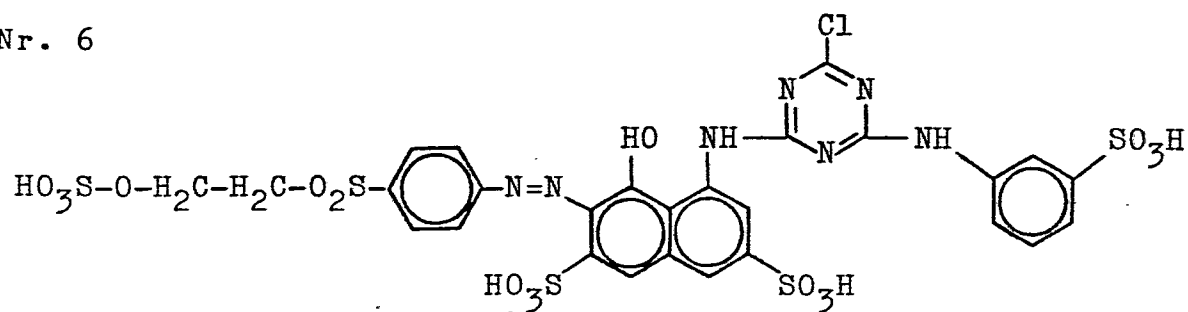


35

Bsp. Reaktivfarbstoff der Formel

Nr. 6

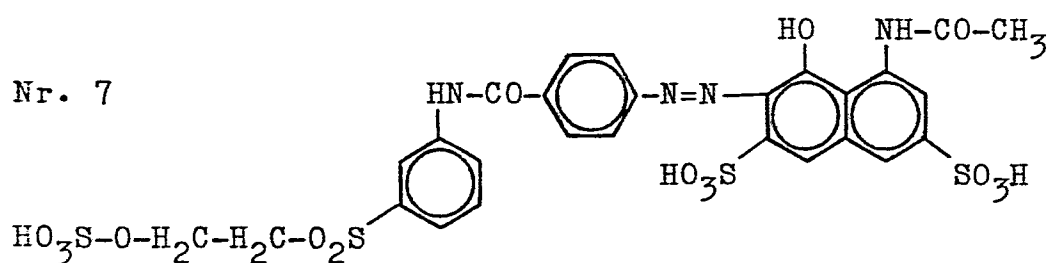
5



10

Nr. 7

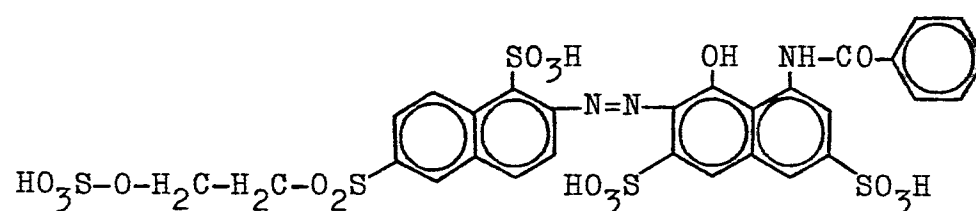
15



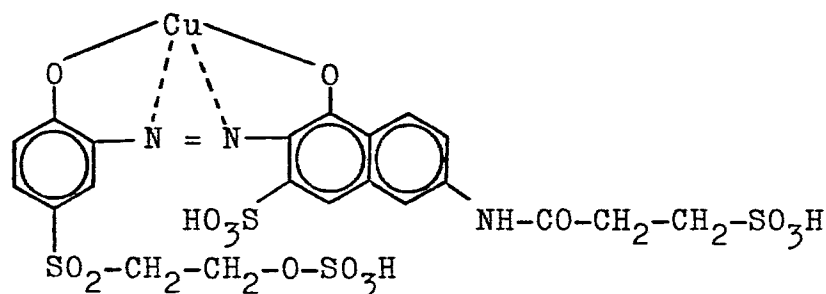
20

Nr. 8

25



30 Nr. 9

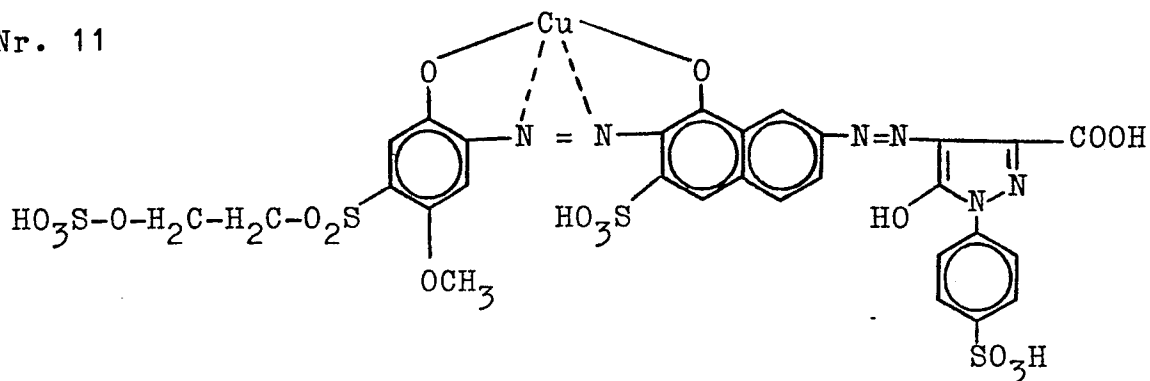


35

Nr. 10 Reactive Violet 5 mit der C.I.-Nr. 18097

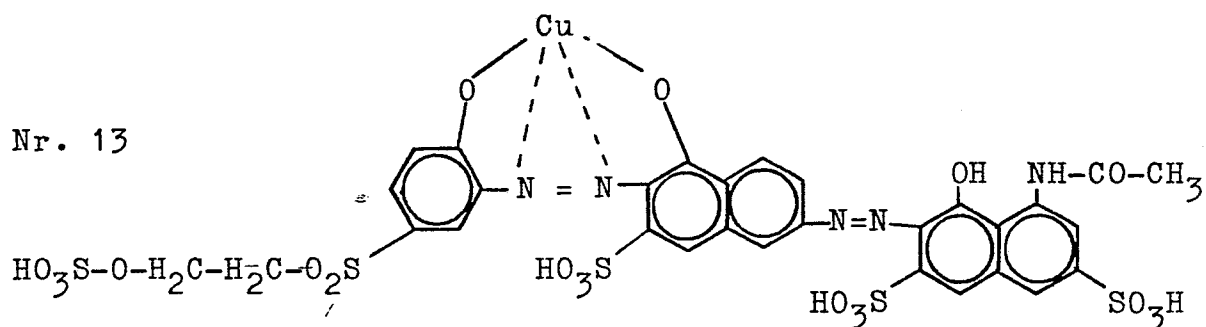
Bsp. Reaktivfarbstoff der Formel

Nr. 11

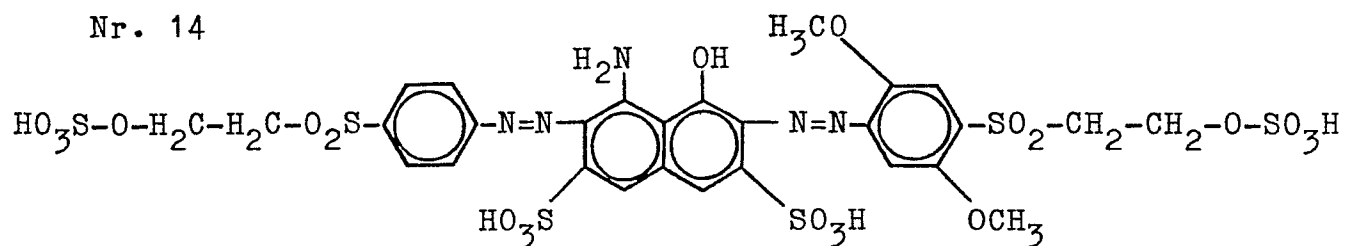


Nr. 12 Reactive Blue 19 mit der C.I.-Nr. 61200

Nr. 13



Nr. 14



Nr. 15 Reactive Black 5 - C.I.-Nr. 20505

Beispiel 16

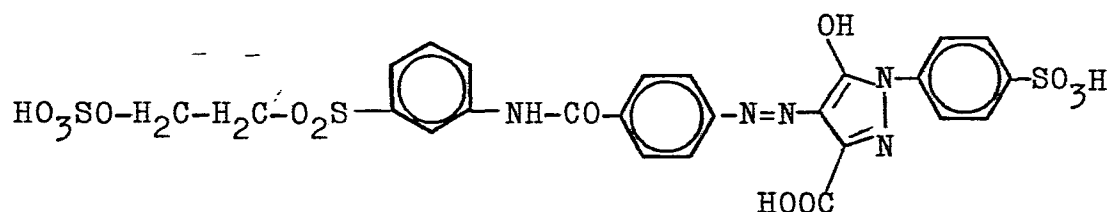
Setzt man zum Ausziehen nach dem Behandlungsrezept von
Beispiel 1 anstelle der dort verwendeten Baumwollware hier
ein Mischgewebe aus 30 % Polyesterfasern und 70 % Baumwolle
5 ein, so erhält man auf der Baumwollkomponente eine völlig
egale graue Färbung, bei welcher der Polyesterfaseranteil
des Farbguts anschließend noch mit handelsüblichen Disper-
sionsfarbstoffen bis zur Einstellung einer Uni-Nuance über-
färbt werden kann.

10

Beispiel 17

In eine Garnfärbemaschine werden 75 kg Baumwollgarn in
Form von Wickelkörpern eingebracht und der Färbebehälter
wird sodann mit 750 l Wasser von 50°C gefüllt. Man gibt
15 dieser Flotte nun bei laufender Umwälzpumpe 22,5 kg Glau-
bersalz sowie eine auf pH 7 gestellte Zubereitung von 500 g
eines in Wasser gelösten Reaktivfarbstoffes der Formel

20



25 hinzu. Darauf beginnt man bei Aufrechterhaltung der Tempe-
ratur von 50°C im zirkulierenden Bad mit der Zudosierung
von insgesamt 8800 cm³ einer mit Wasser im Verhältnis von
1:10 verdünnten, konz. Natronlauge (38° Bé), wobei die
nachfolgend beschriebene Dosierungsstaffelung eingehalten
30 wird:

Dosierzeit	0	4	8	12	16	20	24	28	32	36 min
Dosierungs- menge	125	80	45	20	5	0	5	20	45	80 cm ³ /min

Dosierzeit	40	44	48	52	56	60	min
Dosierungs- menge	125	180	245	320	405	500	cm ³ /min

- 5 Hernach wird das Textilgut noch 15 min bei fortgesetztem Flottenkreislauf unter den gleichen Temperaturbedingungen weitergefärbt und dann wie üblich fertiggestellt. Man erhält eine rosafarbene Garnfärbung, welche nach dem Verstricken zu völlig egaler Stückware führt.

10

Beispiel 18

- Verfährt man nach den Anweisungen zum Färben wie in Beispiel 17 beschrieben, jedoch unter Einsatz von Garn bestehend aus einer Fasermischung von 70 % Baumwolle und 30 % einer mit Dispersionsfarbstoffen vorgefärbten Polyesterfaser, so erhält man nach Abschluß der Färboperation auf dem Baumwollanteil der Ware ebenfalls eine völlig egale Rosafärbung.

20 Beispiel 19

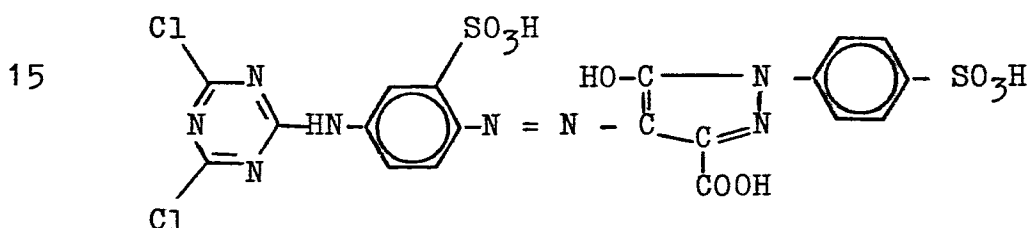
- Ein Färbeapparat wird mit 2 kg von im Packsystem aufgemachtem Baumwoll-Kammzug beladen sowie mit einem Ausziehbad aus 20 l Wasser von 40°C beschickt. Nun versetzt man diese Flotte bei laufender Umwälzpumpe mit 1 kg Kochsalz sowie mit einer in etwas Wasser gelösten Mischung aus 20 g des Farbstoffes Reactive Blue 19 mit der C.I.-Nr. 61200 und 20 g des Farbstoffes Reactive Black 5 mit der C.I.-Nr. 20505, worauf in diesen Färbeansatz bei weiterer Zirkulation sowie gleichbleibender Temperatur eine wäßrige Lösung, welche 100 cm³/l konz. Natronlauge (38° Bé) und 300 cm³/l kalz. Soda enthält, zeitlich abgestimmt in der folgenden Weise eingetragen wird:

Dosierzeit	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	min
35 Dosierungs- menge	49	36	25	16	9	4	1	0	1	4	9	16	25	36	49	cm ³ /min

Nach abgeschlossener Dosierung des Fixieralkalis wird der Färbevorgang dann innerhalb von weiteren 30 min sowie bei 40°C zu Ende gebracht und die so gefärbte Ware wie üblich fertiggestellt. Man erhält eine tiefblaue, völlig egale Färbung.

Beispiel 20

Eine Jet-Färbemaschine wird zum Färben nach dem Ausziehprozeß mit 300 kg Baumwoll-Trikot und mit einer Flotte von 2700 l Wasser beschickt. Nach dem Erwärmen auf 30°C werden diesem Bad zunächst 110 kg eines Reaktivfarbstoffes der Formel



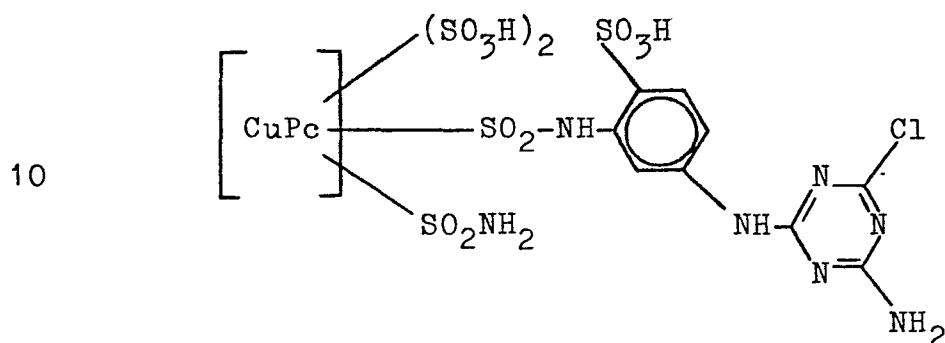
20 welche vorher in 100 l heißem Wasser vorgelöst wurden, zugegeben sowie unter Rotation des strangförmig geführten Textilguts in dem Färbemedium verteilt. Nach weiterem 10-minütigen Lauf der Zirkulationsflotte bei derselben Temperatur werden dem Behandlungsbad dann noch 24375 cm³ einer durch Auflösen von 15 kg Soda in Wasser angesetzten Lösung des Fixieralkalis entsprechend dem folgenden Schema zudosiert:

Dosierzeit	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45 min
30 Dosierungs- menge	1200	675	300	75	0	75	300	675	1200	1875 cm ³ /min

Im Anschluß an 30 Minuten Nachlauf des Textilstranges bei den eingestellten Bedingungen wird der behandelte Trikotstoff wie üblich fertiggestellt. Das Warenbild der auf diese Weise erhaltenen Orangefärbung ist einwandfrei und egal.

Beispiel 21

Eine Haspelkufe mit Flottenumwälzung wird mit 100 kg Baumwoll-Futterstoff beladen und mit 2000 l Wasser gefüllt. Der vorgelegten Flotte werden nunmehr bei Raumtemperatur 3 kg
5 eines Reaktivfarbstoffes der Formel



15 und nach 10 Minuten zwischenzeitlicher Zirkulation fernerhin noch 140 kg Kochsalz im Verlauf von 30 Minuten sowie in Form von 3 Portionen zugesetzt. Durch Heizen wird dann die Badtemperatur innerhalb von 30 Minuten auf 80°C getrieben. Während dieser Periode werden in den Färbeansatz
20 52896 cm³ einer wäßrigen Lösung, hergestellt aus 10000 g Soda und 10000 cm³ konz. Natronlauge (38° Bé), ratenweise entsprechend dem unten angegebenen Zeittakt eingebracht:

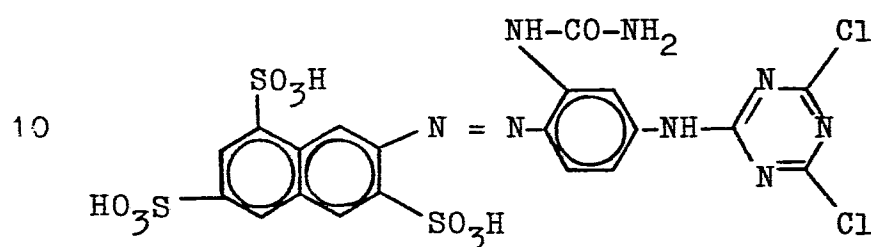
	Dosierzeit	0	2	4	6	8	10	12	14	16	18 min
25	Dosierungs- menge	133	37	5	37	133	293	517	805	1157	1573 cm ³ /min

	Dosierzeit	20	22	24	26	28	30 min
30	Dosierungs- menge	2053	2597	3205	3877	4613	5413 cm ³ /min

Auf der in dieser Weise durch Ausziehen gefärbten Ware erhält man im Anschluß an die übliche Nachbehandlung eine völlig egale Blaufärbung.

Beispiel 22

In einen Kreuzspulfärbeapparat werden 25 kg von im Aufstecksystem angeordneten Kreuzspulen aus Baumwollgarn sowie 188 l Wasser gegeben. Nach Einschalten der Einweg-Zirkulationspumpe trägt man 375 g eines Reaktivfarbstoffes der Formel



welcher zuvor in 1 l heißem Wasser vorgelöst wurde, in diese Ausziehflotte ein, worauf letztere innerhalb von 30 min auf 80°C aufgeheizt wird und während dieser Zeit 11,2 kg Kochsalz portionsweise zugegeben werden. Separat davon hat man unterdessen als Fixieralkali 14,69 l einer wäßrigen Lösung angesetzt, welche 2820 g Soda enthält und die dann im Verlauf von 65 min im nachfolgend gezeigten Zeitrhythmus dem unter Fixierbedingungen befindlichen Färbebad zudosiert werden:

Dosierzeit	0	5	10	15	20	25	30	35	min
25 Dosierungsmenge	201	113,5	51	13,5	1	13,5	51	113,5	cm ³ /min

Dosierzeit	40	45	50	55	60	min
30 Dosierungsmenge	201	313,5	451	613,5	801	cm ³ /min

Nach beendeter Alkalidosierung wird das Textilgut noch 30 Minuten bei gleicher Temperatur weitergefärbt und anschließend wie üblich fertiggestellt.

Zur Beurteilung des Färbeergebnisses wurde das Garn von zwei gefärbten Spulen auf eine frische Spule so aufge-

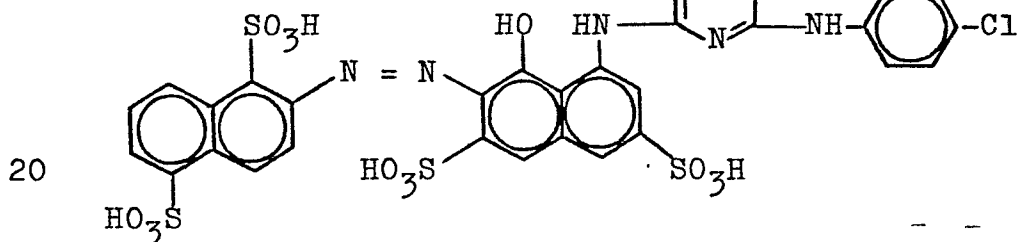
wickelt, daß die inneren Garnlagen der ersten Spule neben den äußeren Garnlagen der zweiten Spule zu liegen kamen. Bei diesem Vergleich ließen sich keine Nuancenabweichungen feststellen, was eine einwandfreie egale Färbung bewies.

5

Beispiel 23

In einer Jet-Färbemaschine werden 500 kg einer rundgewirkten Schlauchware, bestehend aus einer Mischung von 35 % Polyesterfaser und 65 % Baumwolle, geladen und man läßt
10 3100 l Wasser in den so beschickten Färbebehälter ein. Bei laufender Umwälzpumpe werden sodann 65 kg Kochsalz der vorgelegten Flotte zugegeben und diese wird nun auf 50°C aufgeheizt, wonach 1620 g eines Reaktivfarbstoffes der Formel

15



die man zuvor in 50 l heißem Wasser gelöst hat, über das Ansatzgefäß dem Behandlungsbad zugespeist werden. In diese
25 Ausziehflotte läßt man daraufhin unter fortdauernder Zirkulation sowie bei gleichbleibenden Temperaturverhältnissen einen wäßrigen Alkaliansatz von 119,4 l Volumen, bestehend aus 9750 g Soda, 165 cm³ konz. Natronlauge (38° Bé) und Wasser, innerhalb von 65 Minuten nach dem in folgender
30 Tabelle vorgeschriebenen Zugabemodus einfließen:

Dosierzeit	0	5	10	15	20	25	30	min
Dosierungsmenge	723,5	326	87,5	8	87,5	326	723,5	cm ³ /min

35

Dosierzeit	35	40	45	50	55	60	min
Dosierungsmenge	1280	1995,5	2870	3904	5096	6448	cm ³ /min

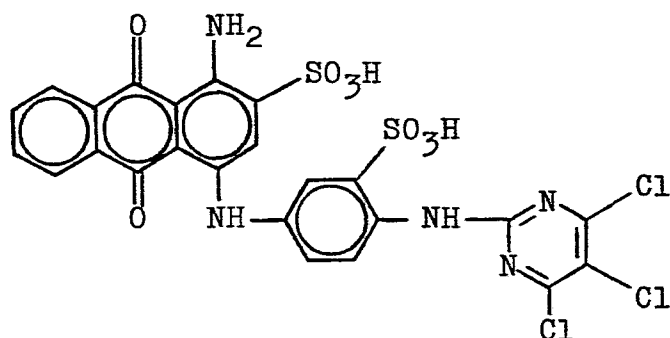
Nach weiteren 30 Minuten Färbezeit im Anschluß an die Dosierung des Fixieralkalis wird die Färbung wie üblich fertiggestellt und dann mit handelsüblichen Dispersionsfarbstoffen überfärbt. Die so erzielte Nuance der Ware auf der Baumwollkomponente ist einwandfrei egal.

Beispiel 24

92 kg eines als Garn mercerisierten Baumwoll-Trikots werden in einer Haspelkufe ohne Flottenumwälzung geladen, letztere wird mit 1230 l Wasser gefüllt sowie mit 69 kg Glaubersalz beschickt und die Flottentemperatur wird bei laufenden Haspeln auf 90°C gebracht. Unterdessen hat man unabhängig vom Behandlungsgefäß 1840 g eines Reaktivfarbstoffes der Formel

15

20



in 50 l heißem Wasser gelöst, welche dann in diesem Stadium des Behandlungsganges innerhalb von 10 Minuten der Flotte über die Kochwand zugegeben werden. Separat davon sind zwischenzeitlich 13,8 kg Soda mit Wasser gelöst und auf ein Volumen von 119 l aufgefüllt worden. Diese Lösung wird anschließend über ein Verteilerrohr in das unter Fixierbedingungen befindliche Färbebad entsprechend dem unten angegebenen Schema eingetragen:

Dosierzeit	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90 min
Dosierungsmenge	500	150	0	150	300	600	1200	2000	3000	4000 cm ³ /min

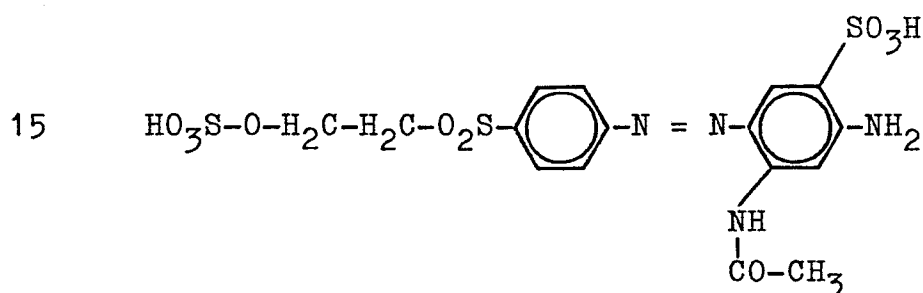
35

Die Färbung ist nach Abschluß der Dosierung des Fixieralkalis beendet und wird wie üblich der Nachbehandlung unterzogen. Die hierbei resultierende blaugefärbte Ware weist eine perfekte Egalität auf.

5

Beispiel 25

Eine Jet-Färbemaschine wird mit 50 kg Baumwoll-Trikot beschickt. Daraufhin werden in den Färbebehälter noch 430 l Wasser eingefüllt und 40 g Kochsalz zugesetzt; die Temperatur des Bades beträgt 40°C. Hernach wird eine Mischung aus 900 g eines Reaktivfarbstoffes der Formel



20 600 g des Farbstoffes Reactive Orange 16 mit der C.I.-Nr. 17757 und 900 g des Farbstoffes Reactive Blue 19 mit der C.I.-Nr. 61200, die man zuvor in 50 l Wasser gelöst hat, bei laufender Umwälzung der vorgelegten Flotte zugegeben. Zur Farbstoff-Fixierung setzt man außerhalb des Färbegefäßes eine alkalische Fixierflüssigkeit an. Dazu werden 25 2 l konz. Natronlauge (38° Bé) mit Wasser auf ein Volumen von 24,6 l verdünnt, in einen Ansatzbehälter gegeben und der auf Färbetemperatur erwärmten Zirkulationsflotte nach folgendem Schema zudosiert:

30

Dosierzeit	0	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20 min
Dosierungsmenge	720	320	80	0	80	320	720	1280	2000	2880	3920 cm ³ /min

35 Die Dosierung geschieht mittels einer elektropneumatisch gesteuerten Luftdruckpumpe. Der angeschlossene Prozessor

steuert den Dosierungsvorgang entsprechend der gewählten Kurve. Die Druckseite der Dosierpumpe ist an der Saugseite der Flottenzirkulationspumpe angeschlossen.

- 5 Nach 30 Minuten restlicher Färbezeit unter den eingestellten Bedingungen ist die Färbung beendet, die gefärbte Ware wird wie üblich gespült und heiß gewaschen. Die Egalität der so erzielten braunen Färbung ist hervorragend.

Patentansprüche:

1. Verfahren zum egalen Färben von Textilmaterial aus Cellulosefasern im wäßrigen Medium mit alkalisch fixierbaren Reaktivfarbstoffen nach der Ausziehtechnik, dadurch gekennzeichnet, daß man das zur Farbstoff-Fixierung erforderliche Alkali in kontinuierlicher oder quasikontinuierlicher Arbeitsweise über eine vorbestimmte Zeitdauer hinweg in einer sich nach Art einer Parabelfunktion richtenden Menge pro Zeiteinheit bemessen dem das Färbegut, wenigstens einen solchen Farbstoff sowie gegebenenfalls alle sonstigen Zutaten, aber kein Fixieralkali enthaltenden Ausziehbad bei Fixiertemperatur zudosiert.
5
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Alkalidosierung automatisch programmgesteuert erfolgt.
10
3. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Alkalidosierung bei konstanter Temperatur erfolgt.
15
4. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den eingesetzten Reaktivfarbstoffen um solche mit Reaktivanker vom β -Sulfatoethylsulfon- oder Vinylsulfon-Typ handelt.
20
5. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Cellulosefasern aufweisende Textilmaterial als Mischung mit Polyester-, Polyacrylnitril-, Polyamid-Fasern oder Seide vorliegt.
25
30