

⑫ **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

⑰ Anmeldenummer: 86109260.9

⑤① Int. Cl.4: **D06P 5/08**, **D06P 1/52**,  
**D06P 1/66**, //D06P3/66

⑱ Anmeldetag: 07.07.86

⑳ Priorität: 22.07.85 DE 3526101

㉑ Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
28.01.87 Patentblatt 87/05

㉒ Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE FR GB IT LI NL SE

⑦① Anmelder: **BASF Aktiengesellschaft**  
**Carl-Bosch-Strasse 38**  
**D-6700 Ludwigshafen(DE)**

⑦② Erfinder: **Fikentscher, Rolf, Dr.**  
**Von-Stephan-Strasse 27**  
**D-6700 Ludwigshafen(DE)**  
Erfinder: **Helmann, Sigismund, Dr.**  
**am Weldenschlag 46**  
**D-6700 Ludwigshafen(DE)**  
Erfinder: **Mertens, Heinrich, Dr.**  
**Brunckstrasse 11**  
**D-6710 Frankenthal(DE)**  
Erfinder: **Schneider, Siegfried**  
**Osloer Weg 44**  
**D-6700 Ludwigshafen(DE)**  
Erfinder: **Vescia, Michele, Dr.**  
**Carl-Bosch-Strasse 62**  
**D-6703 Limburgerhof(DE)**

⑤④ **Verfahren zur Nachbehandlung von Färbungen mit Reaktivfarbstoffen auf Cellulose-Fasermaterialien.**

⑤⑦ Nachbehandlung von Färbungen mit Reaktivfarbstoffen auf Cellulose-Fasermaterialien mit wässrigen Lösungen von Kondensationsprodukten, die durch Umsetzung von (a) Bis-benzylpiperazin mit (b) Ethylenchlorid, Epihalogenhydrin, Propylenchlorid, 1,3-Dichlor-2-hydroxy-propan, Bis-epoxibutan, 1,4-Dichlorbutan oder deren Gemische im Molverhältnis 1 : 0,5 bis 1,1 oder durch Umsetzung von (c) Piperazin, Bis-1,4-(aminopropyl)-piperazin, 1-Aminoethylpiperazin, 2-Hydroxyethylpiperazin, 1-Methylpiperazin oder deren Gemische mit den Verbindungen gemäß (b) im Molverhältnis 1 : 0,5 bis 1,1 und Benzylierung der Kondensationsprodukte erhältlich ist, wobei man bei der Benzylierung pro Äquivalent Stickstoff in der Komponente (c) 0,15 -1,0 Mol Benzylchlorid einsetzt. Die so nachbehandelten Cellulose-Fasermaterialien weisen eine sehr hohe Naßechtheit auf.

EP 0 209 787 A2

## Verfahren zur Nachbehandlung von Färbungen mit Reaktivfarbstoffen auf Cellulose-Fasermaterialien

Aus der DE-OS 27 47 358 ist bekannt, Färbungen mit Reaktivfarbstoffen auf Cellulose-Fasermaterialien mit wäßrigen Lösungen von Kondensationsprodukten aus Polyaminen und Epichlorhydrin bei einem pH-Wert der wäßrigen Lösungen zwischen 3,5 und 11 und bei Temperaturen von vorzugsweise 65 bis 100°C nachzubehandeln. Die Anwendungsmengen an kationischen Kondensationsprodukten betragen zwischen 0,5 und 4 Gew.%, bezogen auf das Trockengewicht des gefärbten Textilguts. Mit Hilfe einer solchen Behandlung werden die Naßechtheitseigenschaften von Reaktivfärbungen auf Cellulose verbessert, jedoch ist eine weitere Steigerung des Echtheitsniveaus der nachbehandelten Färbungen erwünscht.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Nachbehandlung von Färbungen mit Reaktivfarbstoffen auf Cellulose-Fasermaterialien zur Verfügung zu stellen, bei dem man auch in tiefen Tönen gefärbte textile Materialien erhält, die bei der Prüfung beim Bügeltest ein unbehandeltes weißes Baumwollbegleitgewebe nicht anbluten.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man als Nachbehandlungsmittel ein kationisches Kondensationsprodukt einsetzt, das durch Umsetzung von

(a) Bis-benzylpiperazin mit

(b) Ethylenchlorid, Epihalogenhydrin, Propylenchlorid, 1,3-Dichlor-2-hydroxy-propan, Bis-epoxybutan, 1,4-Dichlorbutan oder deren Gemische im Molverhältnis 1 : 0,5 bis 1,1 oder durch Umsetzung von

(c) Piperazin, Bis-1,4-(aminopropyl)-piperazin, 1-Aminoethylpiperazin, 2-Hydroxyethylpiperazin, 1-Methylpiperazin oder deren Gemische mit den Verbindungen gemäß (b) im Molverhältnis 1 : 0,5 bis 1,1 und Benzilylierung der Kondensationsprodukte erhältlich ist, wobei man bei der Benzilylierung pro Äquivalent Stickstoff in der Komponente (c) 0,15 - 1,0 Mol Benzylchlorid einsetzt.

Die Cellulose-Fasermaterialien können in Form von Fasern, Garnen, Gewebe oder anderen Stückwaren vorliegen. Die Fasermaterialien bestehen aus Baumwolle, Leinen oder Zellwolle. Die Cellulose-Fasermaterialien können gegebenenfalls in Mischung mit synthetischen Fasern, wie Polyamid-, Polyacrylnitril- oder Polyester-Fasern vorliegen.

Die Cellulose-Fasern werden mit den handelsüblichen Reaktivfarbstoffen in üblicher Weise gefärbt, z.B. bei 20 - 100°C nach dem Ausziehverfahren oder bei Raumtemperatur nach dem Kaltverweilverfahren. Im Anschluß an das Färben wird das

textile Material zunächst mit kaltem Wasser gespült, danach zweimal mit heißem Wasser (95 - 100°C) und gegebenenfalls ein weiteres Mal mit Wasser einer Temperatur von 60 - 80°C gereinigt. Erst danach wird das mit Reaktivfarbstoffen gefärbte Cellulose-Material mit dem als Nachbehandlungsmittel einzusetzenden kationischen Kondensationsprodukt in wäßriger Lösung behandelt.

Die erfindungsgemäß zu verwendenden kationischen Kondensationsprodukte sind erhältlich durch Umsetzung von (a) Bis-benzylpiperazin mit (b) Ethylenchlorid, Epihalogenhydrin, Propylenchlorid, 1,3-Dichlor-2-hydroxy-propan, Bis-epoxybutan, 1,4-Dichlorbutan oder deren Gemische im Molverhältnis a : b von 1 : 0,5 bis 1,1.

Sie sind außerdem erhältlich durch Umsetzung von (a) Bis-benzylpiperazin mit (b) Ethylenchlorid, Epihalogenhydrin, Propylenchlorid, 1,3-Dichlor-2-hydroxy-propan, Bis-epoxybutan, 1,4-Dichlorbutan oder deren Gemische im Molverhältnis a : b von 1 : 0,5 bis 1,1.

Sie sind außerdem erhältlich durch Umsetzung von (c) Piperazin, Bis-1,4-(aminopropyl)-piperazin, 1-Aminoethylpiperazin, 2-Hydroxyethylpiperazin, 1-Methylpiperazin oder deren Gemische mit den oben angegebenen bifunktionellen Vernetzern gemäß (b) und Benzilylierung dieser Kondensationsprodukte, wobei man bei der Benzilylierung pro Äquivalent Stickstoff in der Komponente (c) 0,15 bis 1,0 Mol Benzylchlorid einsetzt.

Die Kondensation der Komponenten (a) bzw. (c) mit (b) erfolgt in dem pH-Bereich von 6,5 bis 12, vorzugsweise 7 bis 10. Für die Einstellung des pH-Wertes bei der Kondensation verwendet man gegebenenfalls Basen, wie Natronlauge, Kalilauge, Natriumcarbonat, Calciumoxid, Calciumhydroxid, Bariumoxid oder Bariumhydroxid. Sofern die Verbindungen der Gruppe (a) bzw. (c) im Überschuß bei der Kondensation eingesetzt werden, stellt sich aufgrund der Basizität dieser Verbindungen ein pH-Wert im alkalischen Bereich ein. Die Kondensation wird in wäßriger oder alkoholischer Lösung bei einem Feststoffgehalt der Lösung von üblicherweise 20 - 60 Gew.% und Temperaturen von 60 - 100°C durchgeführt. Als alkoholische Lösungsmittel verwendet man z.B. Ethylenglykol, Propylen-glykol, Diglykol und/oder Neopentylglykol. Die wasserlöslichen noch nicht quaternierten Kondensationsprodukte haben in 45%iger wäßriger Lösung bei einer Temperatur von 20°C eine Viskosität von mindestens 500 mPas. Wirksame kationische Nachbehandlungsmittel erhält man,

wenn man die kationischen Kondensationsprodukte -insbesondere diejenigen aus Piperazin und Epichlorhydrin bzw. Ethylenchlorid -anschließend mit Benzylchlorid quaternisiert.

Für die Benzylierung der Kondensationsprodukte aus den Komponenten (c) und (b) setzt man pro N-Äquivalent der Komponente (c) 0,15 bis 1,0, vorzugsweise 0,4 bis 0,75 Mol Benzylchlorid ein. Man erreicht damit eine Benzylierung von 15 -90 % der tertiären und -sofern im Kondensationsprodukt vorhanden -der sekundären Stickstoffatome im Kondensationsprodukt. Kondensationsprodukte mit sekundären und tertiären Stickstoffatomen entstehen, wenn man als Komponente (c) 1-Aminoethylpiperazin oder Bis-1,4-(aminopropyl)-piperazin einsetzt. Die Benzylierung erfolgt vorzugsweise in wäßrigem Medium bei Temperaturen von 60 - 100°C. Sowohl die Kondensationsreaktion als auch die Benzylierung der Kondensationsprodukte kann bei Temperaturen oberhalb 100°C unter Druck vorgenommen werden. Man erreicht dadurch kürzere Reaktionszeiten. Die wäßrigen bzw. alkoholischen Lösungen der benzylierten Kondensationsprodukte können direkt als kationisches Kondensationsprodukt zur Nachbehandlung verwendet werden. Die Viskosität der Benzylgruppen enthaltenden kationischen Kondensationsprodukte beträgt (gemessen in 24%iger wäßriger Lösung bei einer Temperatur von 20°C) mindestens 75 mPas und liegt vorzugsweise in dem Bereich von 150 - 400 mPas.

Die Nachbehandlung der mit Reaktivfarbstoffen gefärbten Cellulose-Fasermaterialien, die gegebenenfalls in Mischung mit anderen Fasern vorliegen können, erfolgt mit einer wäßrigen Flotte diskontinuierlich in Färbeapparaten oder kontinuierlich für Kammzug in Lisseusen, oder Flächengut auf Foulders oder Breitwaschanlagen. Die diskontinuierliche Nachbehandlung der gefärbten Materialien mit den wäßrigen Flotten dauert im allgemeinen 5 bis 30 Minuten. Die kationischen Nachbehandlungsmittel werden in einer Menge von 0,1 bis 5, vorzugsweise 0,2 bis 3 Gew.%, bezogen auf das trockene Cellulose-Fasermaterial eingesetzt. Die Nachbehandlung der zuvor gut mit Wasser ausgewaschenen Färbung mit Reaktivfarbstoffen auf Cellulose-Fasermaterialien wird bei einer Temperatur der wäßrigen Lösung von 5 bis 120°C, vorzugsweise 30 bis 100°C und einem pH-Wert von 4 bis 11, vorzugsweise 5 bis 8 durchgeführt. Der von dem gefärbten Material entfernte Reaktivfarbstoff, der in hydrolysierte Form vorliegt, verbleibt in der Nachbehandlungsflotte und schlägt sich nicht auf dem gefärbten und nachbehandelten Material nieder. Die erfindungsgemäß nachbehandelten mit Reaktivfarbstoffen gefärbten Cellulose-Fasermaterialien zeigen nach der erfindungsgemäßen Behandlung keine Farbaufhellungen, so

daß auch bei Kombinationsfärbungen keine Farbtonverschiebungen resultieren. Man erhält auf diese Weise Färbungen, die bezüglich der Wasserreichtum den strengen Anforderungen, die an Färbungen in der Praxis gestellt werden, genügen. Nach der erfindungsgemäßen Behandlung wird das Cellulose-Fasermaterial gespült und dann getrocknet. Die Trocknungstemperatur hat keinen signifikanten Einfluß auf die Verbesserung der Naßechtheiten.

Die in den Beispielen angegebenen Teile sind Gewichtsteile, die Angaben in Prozent beziehen sich auf das Gewicht der Stoffe. Die Viskositäten wurden mit einem Rotationsviskosimeter gemessen. Als kationische Kondensationsprodukte wurden folgende Harzlösungen verwendet:

#### Kondensationsprodukt 1

516 Teile Piperazin (6 Mol) in 644 Teile Wasser wurden innerhalb von 50 Minuten mit 496,7 Teilen Epichlorhydrin versetzt. Man ließ hierbei die Reaktionstemperatur von 50 auf 88°C ansteigen. Anschließend wurde das Reaktionsgemisch weitere 4 Stunden bei 90 bis 95°C gehalten. Das Reaktionsprodukt hatte dann eine Viskosität von 4400 mPas (20°C) und einen Chloridgehalt von 3,25 mMol/g. Es wurde mit 414 Teilen Wasser versetzt und auf Raumtemperatur gekühlt (Viskosität 270 mPas (20°C)).

1750 Teile dieser Lösung wurden mit 3050 Teilen Propandiol-1,2 und 1050 Teilen Wasser versetzt, 400 Teile 50%ige Natronlauge zugegeben und dann bei 60 bis 70°C 882 Teile Benzylchlorid langsam eingetragen. Nach 5-stündiger Reaktionsdauer bei 80°C hatte die klare Lösung einen Chloridgehalt von 1,59 mMol/g, einen pH-Wert von 3,9 und eine Viskosität von 90 mPas - (20°C). Der Wirkstoffgehalt der Lösung des Kondensationsproduktes 1 lag bei 21,9 %. Die Viskosität einer 24%igen Lösung des Kondensationsproduktes betrug 140 mPas bei 20°C. 70 % der Stickstoffatome waren mit Benzylchlorid quaternisiert entsprechend 0,7 Mol Benzylchlorid pro Äquivalent Stickstoff im Piperazin.

#### Kondensationsprodukt 2

1730 Teile des Piperazin-Epichlorhydrin-Kondensationsproduktes, dessen Herstellung unter Kondensationsprodukt 1 beschrieben ist, wurden mit 2560 Teilen Ethylenglykol und 440 Teilen 50%iger wäßriger Natronlauge versetzt. Bei 60 bis 80°C wurden innerhalb 0,5 Stunden 882 Teile Benzylchlorid zugegeben und anschließend 5 Stunden bei 80°C gehalten. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur hatte die klare Lösung einen pH-Wert von 4,3, einen Chloridgehalt von 2,05 mMol/g und

eine Viskosität von 285 mPas (20°C). Der Wirkstoffgehalt betrug 27,8 % an Kondensationsprodukt 2. Die Viskosität einer 24%igen Lösung des Kondensationsproduktes betrug 220 mPas bei 20°C. 70 % der Stickstoffatome waren mit Benzylchlorid quaternisiert entsprechend 0,7 Mol Benzylchlorid pro Äquivalent Stickstoff im Piperazin.

#### Kondensationsprodukt 3

Man verfuhr wie unter Kondensationsprodukt 2 angegeben, führte jedoch die Benzylierung nicht in Ethylenglykol, sondern nach Zugabe der gleichen Menge an Diethylenglykol zu dem Piperazin-Epichlorhydrin-Kondensationsprodukt durch. Man erhielt eine klare Lösung des Kondensationsproduktes 3. Die Viskosität einer 24%igen Lösung betrug 300 mPas bei 20°C. Wie beim Kondensationsprodukt 2 wurden 70 % der Stickstoffatome quaternisiert.

Um die Naßecktheiten der Färbung zu testen, wurde der Bügeltest durchgeführt.

#### Bügeltest

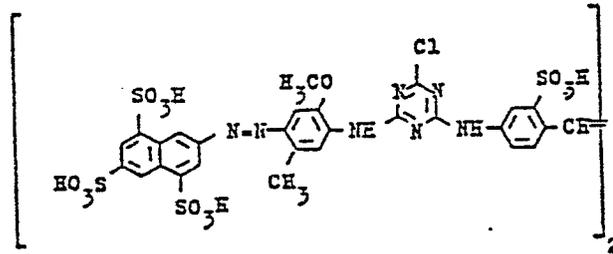
In der Praxis wird häufig der Endpunkt eines Nachwaschprozesses bei einer Reaktivfärbung in der Weise geprüft, daß man ein Stück des gefärbten noch nicht getrockneten Materials zwischen zwei angefeuchtete weiße Baumwollgewebe legt und diese "Sandwiches" bis zur Trockene bügelt.

Durch diese Behandlung wandern die nicht fixierten Farbstoffe vom gefärbten auf das weiße Material. Die Prüfmethode ist sehr empfindlich, da dabei die geringsten Mengen nicht fixierter Farbstoffe das Weißmaterial anschnutzen.

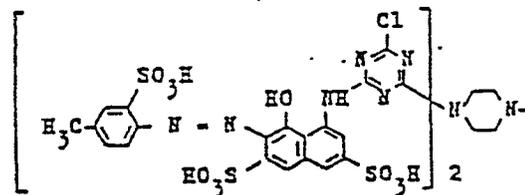
Die Färbungen wurden diesem Bügeltest unterzogen. Die "Sandwiches" wurden 2 x je 30 s bei 180°C in der Bügelmaschine gepreßt (Siemens Heimbügler Spezial) und anschließend bei laufender Maschine getrocknet.

#### Beispiel 1

In einem Stranggarnfärbeapparat werden 80 kg genetztes mercerisiertes Baumwollgarn in 1000 l Farbflotte, die 1,04 kg des gelben Reaktiv-Farbstoffes der Formel



und 1,6 kg des roten Reaktiv-Farbstoffes der Formel



in handelsüblicher Einstellung enthält, wie folgt gefärbt:

Das Färbebad wird innerhalb von 20 Min. auf 95°C aufgeheizt. Nach einer Verweilzeit von 10 Min. bei 95°C werden 30 kg Natriumchlorid zugeetzt und anschließend die Temperatur weitere 5 Min. bei 95°C gehalten. Innerhalb von 10 Min. wird auf 80°C abgekühlt. Dann werden 4 kg Soda und 2 l 44,8%ige wäßrige Natronlauge zugegeben.

Anschließend wird das Färbebad noch 30 Min. bei 80°C gehalten und dann abgelassen. Gespült wird 10 Min. kalt mit Überlauf.

Danach wird zweimal 10 Min. bei 98°C und einmal 10 Min. bei 70°C gereinigt.

Das Garn wird sodann in 3 Teile geteilt:

a. Ein Teil des gefärbten Garns wird getrocknet und dem Bügeltest unterworfen.

b. Der zweite Teil des gefärbten Garns wird 20 Min. bei 40°C mit einer wäßrigen Lösung nachbehandelt, die 2 % des Kondensationsproduktes 1 - (21,9%rig) enthält und einen pH-Wert von etwa 7 hat.

c. Der dritte Teil des gefärbten Garns wird gemäß der Lehre der DE-OS 27 47 358 10 Min. bei Kochtemperatur mit einer wäßrigen Lösung

nachbehandelt, die 2 % des Kondensationsproduktes aus 1 Mol Methylpropylentriamin und 0,87 Mol Epichlorhydrin (21,9%rig) enthält und einen pH-Wert von etwa 7 hat.

5 Der Bügeltest ergab, daß das Begleitgewebe bei dem unbehandelten Garn (Probe a) stark anblutet. Durch die Behandlung c) konnte das Anbluten zwar verringert, aber nicht verhindert werden. Nur durch die Behandlung b) wurde ein Anbluten des Begleitgewebes verhindert.

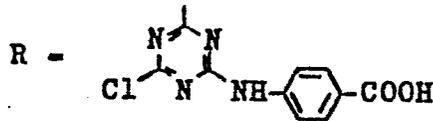
10 Beispiel 2

15 Auf einem JET-Färbeapparat werden 300 kg Baumwoll-Wirkware in 3000 l Farbflotte, die 4,5 kg des roten Reaktiv-Farbstoffes der Formel



in handelsüblicher Einstellung

25



4,5 kg m-Nitrobenzolsulfonsaures Natrium,

180 kg Natriumchlorid und

45 kg Natriumcarbonat

enthält, 30 Min. bei 80°C gefärbt.

Gespült wird 10 Min. kalt, dann 2 x 10 Min. bei Kochtemperatur und anschließend wird geschleudert und getrocknet. Dann wurde das Baumwollgewirke auf dem Foulard mit einer wäßrigen Lösung behandelt, die folgende Zusätze enthielt:

10 g/l des Kondensationsproduktes 2 (27,8%ig),

4 g/l eines kationischen Weichmachers

(Kondensationsprodukt aus Stearinsäure und Ammonoethylethanolamin) und

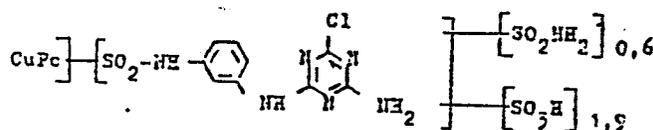
10 g/l eines C<sub>18</sub>-Fettalkoholoxethylates mit 80 Mol Ethylenoxid

Die Flottenaufnahme betrug 80 %. Die Wirkware wurde anschließend bei 120°C getrocknet.

Der Bügeltest ergab, daß die so behandelte Wirkware im Gegensatz zur unbehandelten Ware kein Anbluten des Begleitgewebes zeigte.

45 Beispiel 3

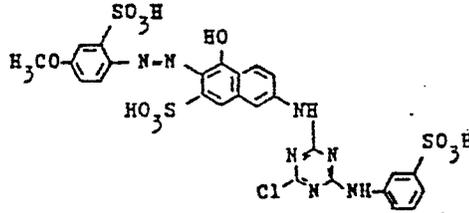
Gefärbt und nachbehandelt wurde wie im Beispiel 2 beschrieben, jedoch mit der Ausnahme, daß die 3000 l Farbflotte 4,8 kg des türkisfarbenen Farbstoffes folgender Formel



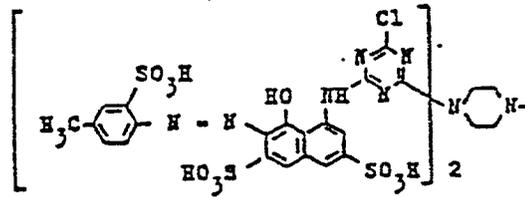
in handelsüblicher Einstellung enthielt. Der Bügeltest ergab, daß ein Begleitgewebe aus Baumwoll-Kaliko nicht anblutete.

#### Beispiel 4

In einem Overflow-Färbeapparat werden 75 kg gebleichtes Baumwoll-Jersey in 1200 l Färbeflotte, die 2,475 kg des scharlachfarbenen Reaktiv-Farbstoffes der Formel

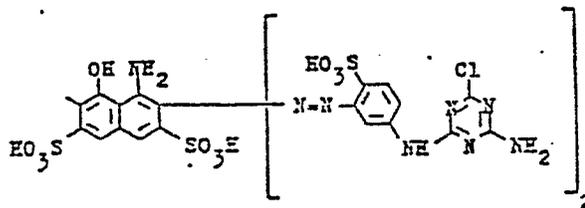


0,99 kg des roten Reaktiv-Farbstoffes der Formel



und 0,04 kg des blauen Reaktiv-Farbstoffes der Formel

30



jeweils in handelsüblicher Einstellung sowie 20 g/l Soda und 80 g/l Natriumchlorid enthielt, wie folgt gefärbt:

Zunächst wird 15 Min. bei 25°C gefärbt, dann in 30 Min. auf 50°C erwärmt, und anschließend das Färbbad 20 Min. bei dieser Temperatur gehalten. Anschließend wird in 30 Min. auf 80°C aufgeheizt und in 45 Min. zu Ende gefärbt.

Gespült wird 10 Min. kalt, dann 2 x 10 Min. bei Kochtemperatur und anschließend einmal 10 Min. bei 50°C.

Anschließend wird die Ware 10 Min. bei 60°C mit einer wäßrigen Lösung nachbehandelt, die 1,5 % des Kondensationsproduktes 3 (24%ig) enthielt und einen pH-Wert von etwa 7 hatte. Bei dem anschließenden Bügeltest wurde ein ungefärbtes Begleitgewebe aus Baumwoll-Kaliko nicht angeblutet.

40

#### Beispiel 5

Gefärbt und gespült wurde wie in Beispiel 4 beschrieben. Nachbehandelt wurde 10 Min. bei Kochtemperatur mit einer wäßrigen Lösung, die 1,5 % des Kondensationsproduktes 3 (24%ig) und 1,6 % (= 1 g/l) Soda calc. enthielt und einen pH-Wert von etwa 10,5 hatte.

45

Beim anschließenden Bügeltest wurde ein ungefärbtes Begleitgewebe aus Baumwoll-Kaliko nicht angeblutet.

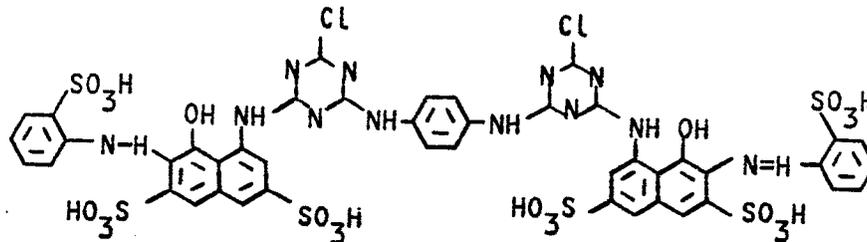
50

#### Beispiel 6

55

Gefärbt wurde wie in Beispiel 4 beschrieben. Das gefärbte Material wurde dann dreimal 10 Min. bei 25°C, anschließend einmal 10 Min. bei Kochtemperatur gespült und danach mit einer wäßrigen

Lösung, die 1,5 % des Kondensationsproduktes 3 und 1,6 % Soda calc. enthielt und einen pH-Wert von etwa 10,5 hatte, nachbehandelt. In das Nachbehandlungsbad wurde bei 40°C eingegangen und dann innerhalb von 20 Min. auf Kochtemperatur aufgeheizt. Der Bügeltest ergab, daß das so behandelte Baumwoll-Jersey kein Anbluten des Begleitgewebes zeigte.



in handelsüblicher Einstellung sowie 70 g/l Natriumsulfat, 5 g/l Soda und 2 g/l 44,8%rige wäßrige Natronlauge enthält, zugegeben. Das Material wird 60 Min. bei 80°C gefärbt, danach 10 Min. kalt, dann 2\*10 Min. bei Kochtemperatur und anschließend 10 Min. bei 60°C im Überlauf gespült.

Anschließend wurde der Baumwoll-Trikot in 3 Teile geteilt:

a) Ein Teil des gefärbten Baumwoll-Trikots wurde getrocknet und dem Bügeltest unterworfen.

b) Der zweite Teil des gefärbten Baumwoll-Trikots wurde 10 Min. bei Kochtemperatur mit einer wäßrigen Lösung nachbehandelt, die 2 % des Kondensationsproduktes 2 (27,8%rig) enthielt und einen pH-Wert von etwa 7 hatte.

c) Der dritte Teil des gefärbten Baumwoll-Trikots wurde gemäß der Lehre der DE-OS 27 47 358 10 Minuten bei Kochtemperatur mit einer Lösung

### Beispiel 7

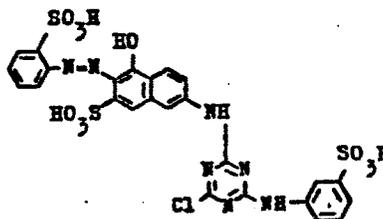
In einem Overflow-Färbeapparat werden 100 kg Baumwoll-Trikot in 2000 l Färbeflotte, die 5 kg des roten Reaktiv-Farbstoffes der Formel

nachbehandelt, die 2 % des Kondensationsproduktes aus 1 Mol Methyldipropylentriamin und 0,87 Mol Epichlorhydrin (27,8%rig) enthielt und einen pH-Wert von etwa 7 hatte.

Der Bügeltest ergab, daß das Begleitgewebe bei dem unbehandelten Baumwoll-Trikot (Probe a) stark anblutete. Durch die Behandlung c) konnte das Anbluten zwar verringert, aber nicht verhindert werden. Nur durch die Behandlung b) wurde ein Anbluten des Begleitgewebes verhindert.

### Beispiel 8

In einem vollgefluteten Jet-Färbeapparat werden 100 kg Baumwollgewebe in 1500 l Färbeflotte, die 5 kg des orangefarbenen Reaktivfarbstoffes der Formel



in handelsüblicher Einstellung enthält, wie folgt gefärbt:

Das Färbebad wird innerhalb von 20 Min. auf 95°C aufgeheizt. Nach einer Verweilzeit von 10 Min. bei 95°C setzt man 30 kg Natriumchlorid zu und hält anschließend die Temperatur weitere 5 Min. bei 95°C. Innerhalb von 10 Min. wird auf 80°C abgekühlt. Dann gibt man 4 kg Soda und 2 l 44,8%rige wäßrige Natronlauge zu.

Anschließend wird das Gewebe in 3 Teile geteilt:

a) Ein Teil des Gewebes wird getrocknet und dem Bügeltest unterworfen.

b) Der zweite Teil des gefärbten Baumwollgewebes wird auf dem Foulard mit einer wäßrigen Lösung behandelt, die folgende Zusätze enthält:

80 g/l Dimethylolglyoxalmonourein (45%ig)

12 g/l MgCl<sub>2</sub> · 6 H<sub>2</sub>O

Die Flottenaufnahme beträgt 78 %. Das Gewebe wird anschließend bei 110°C getrocknet und danach 4 Min. bei 155°C kondensiert.

c) Der dritte Teil des gefärbten Baumwollgewebes wird auf dem Foulard mit einer wäßrigen Lösung folgender Zusammensetzung behandelt:

80 g/l Dimethylolglyoxalmonourein (45%ig)

12 g/l MgCl<sub>2</sub> · 6 H<sub>2</sub>O

40 g/l des Kondensationsproduktes 3 (24%ig)

Flottenaufnahme, Trocknungs- und Kondensationsbedingungen werden, wie unter b) beschrieben, eingehalten.

Der Bügeltest ergibt, daß das Begleitmaterial bei dem unbehandeltem Gewebe (Probe a) und dem Gewebe, das der Behandlung b) unterworfen wurde, stark anblutet. Nur durch die Behandlung c) konnte ein Anbluten des Begleitgewebes verhindert werden.

Die Wirksamkeit der Knitterfrei-Krumpffrei-Ausrüstung wurde durch den Zusatz des Kondensationsproduktes 3 bei der Behandlung c) nicht ungünstig beeinflusst. Die Ausrüstungen gemäß b) und c) ergaben die gleichen Krumpfungswerte bei der Haushaltswäsche (20 Min. bei 60 %). Bei der Beurteilung des Glättebildes nach Monsanto ergaben sich ebenfalls keine Unterschiede.

Bei der zusätzlichen Anwendung eines Hydrophobiermittels in den Bädern b) und c) zeigte es sich, daß auch die Hydrophobie des ausgerüsteten Gewebes durch die Mitverwendung des Kondensationsproduktes 3 nicht beeinflusst wird.

## Ansprüche

1. Verfahren zur Nachbehandlung von Färbungen mit Reaktivfarbstoffen auf Cellulose-Fasermaterialien mit wäßrigen Lösungen von Kondensationsprodukten aus Polyaminen und Epichlorhydrin, dadurch gekennzeichnet, daß man als Nachbehandlungsmittel ein kationisches Kondensationsprodukt einsetzt, das durch Umsetzung von

(a) Bis-benzylpiperazin mit

(b) Ethylenchlorid, Epihalogenhydrin, Propylenchlorid, 1,3-Dichlor-2-hydroxy-propan, Bis-epoxybutan, 1,4-Dichlorbutan oder deren Gemische im Molverhältnis 1 : 0,5 bis 1,1 oder durch Umsetzung von

(c) Piperazin, Bis-1,4-(aminopropyl)-piperazin, 1-Aminoethylpiperazin, 2-Hydroxyethylpiperazin, 1-Methylpiperazin oder deren Gemische

mit den Verbindungen gemäß (b) im Molverhältnis 1 : 0,5 bis 1,1 und Benzylierung der Kondensationsprodukte erhältlich ist, wobei man bei der Benzylierung pro Äquivalent Stickstoff in der Komponente (c) 0,15 - 1,0 Mol Benzylchlorid einsetzt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das Nachbehandlungsmittel (100%ig) in einer Menge von 0,1 bis 5 Gew.%, bezogen auf die Cellulose-Fasermaterialien, einsetzt.

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Nachbehandlung bei einer Temperatur der wäßrigen Lösung von 5 bis 120°C und einem pH-Wert von 4 bis 11 durchgeführt wird.

4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man als kationisches Kondensationsprodukt ein benzyliertes Piperazin-Epichlorhydrin-Kondensationsprodukt einsetzt.

40

45

50

55