

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 226 198
A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 86117353.2

(51) Int. Cl.⁴: **D 06 P 3/14**
D 06 P 1/00

(22) Anmeldetag: 12.12.86

(30) Priorität: 18.12.85 DE 3544793

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
 24.06.87 Patentblatt 87/26

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

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

(72) Erfinder: **Von der Eitz, Hans-Ulrich, Dr.**
Willibrachtstrasse 14
D-6000 Frankfurt am Main(DE)

(72) Erfinder: **Röstermundt, Karl-Heinz**
Weidfeldstrasse 38
D-6236 Eschborn(DE)

(72) Erfinder: **Türschmann, Klaus**
Schweriner Weg 28
D-6238 Hofheim am Taunus(DE)

(72) Erfinder: **Lehmann, Joachim Walter**
Theresenstrasse 42
D-6233 Kelkheim(DE)

(54) **Isothermes Schnellfärbverfahren für Wolle.**

(57) Das Färben von Wolle mit Reaktivfarbstoffen in stark saurem Medium (mit Schwefelsäure) verlangt heute nicht mehr tragbare, lange Aufheizzeiten (50-60 Minuten), um egale Färbungen zu erhalten. Erfindungsgemäß wurde nun gefunden, daß es durch rasches Aufheizen des Farbstoffes vom Vinylsulfon-Typ sowie alle Zusätze, außer der Säure, enthaltenden Färbekbades mit dem Farbgut auf Färbetemperatur und dann dosierten Zusatz der Schwefelsäure unter isothermen Bedingungen bei Färbetemperatur gelingt, in deutlich verkürzter Gesamtfärbezeit sehr egale und bezüglich der Echtheitseigenschaften gute Färbungen zu erhalten. Carbonisierte Wolle kann ohne vorangehende Neutralisation gefärbt werden.

EP 0 226 198 A2

Isothermes Schnellfärbeverfahren für Wolle**0226198**

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum
egalen Färben von Wolle oder des Wollanteils von Faser-
mischungen nach der Ausziehfärbetechnik in stark saurem
Medium mit wäßrigen Flotten von Reaktivfarbstoffen, die
5 in ihrem Molekül mindestens eine Gruppierung aufweisen,
welche bei Fixierbedingungen mit der Faser über die Vinyl-
sulfon-Form unter nucleophiler Addition in Reaktion tritt.

Das Färben von Wolle mit Reaktivfarbstoffen ist in der
10 Praxis hinreichend bekannt. In der Regel wird dabei zur
Erzielung gleicher und echter Färbungen das Textilgut bei
Temperaturen von 98° bis 106°C und je nach gewünschter
Farbtiefe der Färbung bei genau gestaffelten pH-Werten
zwischen 4,5 und 6,5 mit wäßrigen Lösungen dieser Farb-
15 stoffe behandelt.

Darüber hinaus ist in der Musterkarte S 8126 "(R) Remazolan-
Farbstoffe auf Wolle" der Farbwerke Hoechst AG ein Verfah-
ren beschrieben, nach dem Reaktivfarbstoffe vom Vinyl-
20 sulfon-Typ in Form der β -Sulfatoethylsulfon-Derivate durch
Ausziehen aus stark sauren Flotten bei pH-Werten von 2 bis
3 (eingestellt mit Schwefelsäure) auf Wollartikel gefärbt
werden. Diese Arbeitsweise ist gekennzeichnet durch ein
sehr langsames Aufheizen des Färbebades von der Anfangs-
25 temperatur 50°C auf die eigentliche Färbetemperatur von
98° bis 100°C sowie durch eine anschließende lange Färbe-
zeit von 60 bis 90 Minuten bei Färbetemperatur. Insgesamt
werden reine Färbezeiten von 2 bis 2 1/2 Stunden für die
Durchführung dieser Färbetechnik gerechnet. Hierbei ist
30 man von der Vorstellung ausgegangen, daß egale Färbungen
nur unter Beachtung ausgedehnter Aufheizzeiten zu erhalten
sind.

Die nach dem herkömmlichen Verfahren in stark saurem Milieu erzielbaren Echtheitseigenschaften derartiger Reaktivfärbungen auf Wolle sind denen erzeugt mit schwach sauer ziehenden Walkfarbstoffen durchaus vergleichbar und für normale Wollartikel absolut akzeptabel und gebräuchlich. Störend an diesem bekannten Colorierungsprozeß für Wolle sind allerdings die dafür benötigten langen Färbezeiten und die manchmal nicht genügende Egalität der Färbungen mit den Reaktivfarbstoffen.

Sämtliche der zuvor erwähnten Färbemethoden gemäß Stand der Technik haben zur Voraussetzung, daß Reaktivfarbstoff und Säure (Fixierhilfsmittel) von Anbeginn an nebeneinander in dem bereits mit dem wollenen Farbgut beschickten Ausziehbad vorliegen, wobei das Eintreten des eigentlichen Fixierprozesses unter der Wechselwirkung zwischen reaktivem Farbstoff und der Wollfaser allein durch die Erhöhung der Flottentemperatur gesteuert wird.

Aufgabe der in Rede stehenden Erfindung war es also, ein Schnellfärbeverfahren für Wolle mit Reaktivfarbstoffen nach der Ausziehmethode zu entwickeln, das neben guter Egalität der Färbungen ausreichende Echtheitseigenschaften derselben bei deutlicher Verkürzung der Gesamtbehandlungszeit für das Farbgut gegenüber den bisher für das Färben eingeführten Arbeitsweisen gleicher Gattung erhalten läßt.

Die zuvor dargelegte Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man die Reaktivfarbstoffe vom Vinylsulfon-Typ und gegebenenfalls alle sonstigen Zutaten, aber keine zur Fixierung der Farbstoffe erforderliche Säure oder säureabgebende Mittel enthaltende Ausziehflotte zusammen mit dem Farbgut so rasch wie möglich sowie in einem Zuge auf die Färbetemperatur im Bereich von 95° bis 110°C erhitzt, daß man nach Erreichen derselben bei Aufrechterhaltung von entsprechenden isothermen Bedingungen für die Farb-

stoff-Fixierung dem aufgeheizten Färbebad dann Schwefelsäure - über einen längeren Zeitraum hinweg verteilt - zusetzt und die Wolle bei pH-Werten zwischen 2 und 3 färbt.

5

"So rasch wie möglich" im Zusammenhang mit dem Kennzeichen dieser Erfindung bedeutet entsprechend dem Leistungsvermögen der eingesetzten Färbemaschinen.

10 Moderne Maschinen erlauben Aufheizzeiten zwischen 10 und 15 Minuten. "In einem Zuge" soll ausdrücken, daß die eigentliche Färbeoperation ohne Durchlaufen abgestufter Temperaturbedingungen beim Fixiervorgang der Farbstoffe erfolgt. "Unter isothermen Bedingungen" wird so verstanden, daß die Temperatur von Flotte und Ware während des
15 Behandlungsschrittes der Säurezugabe und der nachfolgenden Färbezeit konstant gehalten wird.

Die Dosierung der Säure über einen längeren Zeitraum zu der auf Fixierbedingungen für den Farbstoff befindlichen
20 Färbeflotte kann mengenmäßig sowohl linear als auch progressiv durchgeführt werden, wobei jedoch die Zeit, bei der man im Verlauf des Säurezuflusses die Badtemperatur gleichbleibend hoch hält, in die Gesamtfärbezeit
25 eingeht und demzufolge die letztere verfahrensgemäß nicht verlängert wird. Die reine Dosierzeit kann dabei von 10 bis 45 Minuten betragen, wodurch die Gesamtfärbezeit (einschließlich Dosierzeit) vorteilhaft auf maximal 70 Minuten verkürzt wird.

30 Bei einer linearen Dosierung des sauren Fixiermittels wird pro Zeiteinheit die gleiche Menge Säure ins Färbebad eingebracht. Das kann einmal dadurch geschehen, daß man die Schwefelsäure, in der Regel mit Wasser verdünnt, entweder diskontinuierlich in immer gleichen Portionen und gleichen
35 Zeitabständen einbringt, oder sie aber kontinuierlich in gleicher Menge pro Zeiteinheit zufließen läßt.

- Eine progressive Dosierung des sauren Fixiermittels bringt mit fortschreitender Dosierzeit eine pro Zeiteinheit ständig steigende Menge Säure in das Färbebad ein, was ebenfalls manuell besorgt werden kann. Neuere Dosiergeräte erledigen diese Art der Dosierung automatisch, so daß dann nur die gewünschte Steilheit der Progression entsprechend einer vorgegebenen mathematischen Funktion, z.B. linear, exponentiell oder in der Art einer Parabelfunktion, eingestellt zu werden braucht.
- Die Menge an einzubringender Schwefelsäure hängt - wie auch die Färbezeit - von der gewünschten Tiefe der Färbung ab. Sofern man Schwefelsäure 96 %ig in Rechnung stellt, werden davon 3 bis 5 % vom Wollgewicht benötigt.
- Allerdings wird die konzentrierte Säure beim beanspruchten Verfahren zweckmäßig mit Wasser verdünnt eingetragen. Das setzt einmal die Gefahren beim Umgang mit der Säure herab, zum anderen erlaubt es eine gestaffelte gleichmäßigere Dosierung.
- Das Färbeverfahren nach der vorliegenden Erfindung kommt in der Hauptsache auf gewöhnliche, d.h. mit einer Antifilzausrüstung nicht vorbehandelte Wolle oder solcherart aufgebaute Fasermischungen zur Anwendung. Unter Wolle wird in diesem Zusammenhang solche in jedem Verarbeitungszustand, also als Flocke, Kammzug, Garn, Stückware oder auch in Form von Fertigteilen verstanden. Besonders hervorzuheben ist, daß für die erfindungsgemäße Färbebehandlung auch carbonisierte Wolle geeignet ist, die vor dem Färben nicht eigens neutralisiert zu werden braucht. Dies ist bei allen anderen Färbeverfahren für Wolle eine Voraussetzung für den egalten Ausfall der Färbung. Es kann also bei dem neuen Verfahren auch diese Zeit eingespart werden, so daß die Gesamtzeiterparnis noch höher liegt.

Auch filzfrei oder filzarm ausgerüstete Wolle kann nach der Färbetechnik gemäß dieser Erfindung egal gefärbt werden, jedoch reichen im allgemeinen die erzielbaren Naßechtheitseigenschaften für diesen Artikel nicht aus, so daß nur in Ausnahmefällen das beanspruchte Verfahren dafür Interesse erwecken wird.

Für das Färben von Wollfasern bzw. des Wollanteils von Fasermischungen nach dem vorliegenden Verfahren werden als Reaktivfarbstoffe die unter diesem Gattungsbegriff bekannten organischen Farbstoffe vom Vinylsulfon-Typ in Betracht gezogen, mit denen die Faser nach einem Additionsmechanismus über die Vinylsulfon-Form des Farbstoffes reagiert. Diese Farbstoffklasse wird im Colour Index, 3. Auflage 1971 sowie Ergänzungen 1975 als "C.I. Reactive Dyes" bezeichnet und umfaßt chemische Verbindungen mit Farbstoffcharakter, die mit OH-gruppen- und/oder NH-gruppenhaltigen Fasern eine kovalente Bindung einzugehen in der Lage sind. Außer dem Vinylsulfon-Rest selbst als der in solchen Farbstoffen mit Hydroxyl- oder Aminogruppen im Fasermaterial mit Polyamid-Struktur reaktionsfähigen Gruppe handelt es sich in dieser Beziehung vorwiegend um Vorstufen dieser charakteristischen Gruppierung, wozu insbesondere die β -Sulfatoethylsulfongruppe, die β -Chlor-ethylsulfongruppe oder die β -Dialkylamino-ethylsulfongruppe gehören, die während des Färbeprozesses unter zwischenzeitlicher Ausbildung der Vinylsulfon-Form mit der Faser in Reaktion treten.

Ebenso brauchbar beim beanspruchten Verfahren sind die Umwandlungsprodukte solcher bekannter Sulfonyl-Reaktivfarbstoffe mit z.B. Methyltaurin, in denen die Reaktivgruppe vorübergehend in maskierter Form vorliegt.

Reaktivfarbstoffe mit anderen Reaktivsystemen können erfindungsgemäß zwar ebenfalls gefärbt werden, jedoch ist

hierbei eine strenge Farbstoffauswahl erforderlich, da die Gefahr, unegale Färbungen zu erhalten, durch das neue Verfahren bei diesen Farbstoffen nicht vollständig ausgeschaltet ist.

5

Erstaunlicherweise ergeben jedoch Farbstoffe, die neben einem Reaktivrest vom Vinylsulfon-Typ oder einer als Vorläufer davon oben schon beschriebenen Reaktivgruppierung zusätzlich eine mit der Wolle nach dem Substitutionsmechanismus reagierende Gruppierung aufweisen, z.B. eine Monochlortriazinyl- oder Monofluortriazinyl-Gruppe, sehr egale Färbungen bei noch besseren Echtheitseigenschaften.

15 Als Grundkörper des chromophoren Systems dieser organischen Farbstoffe eignen sich besonders solche aus der Reihe der Azo-, Anthrachinon- und Phthalocyaninverbindungen, wobei die Azo- und Phthalocyaninfarbstoffe sowohl metallfrei als auch metallhaltig sein können.

20 Reaktivfarbstoffe der zuvor definierten Art weisen häufig mehr als eine Sulfonsäuregruppe (außer in der reaktiven Gruppierung des Farbstoffes) im Molekül auf, welche beliebig über den Chromophor verteilt sein können, bevorzugt aber an dessen aromatische Reste gebunden sind.

25

Das Verfahren selbst wird im Grundsatz wie folgt durchgeführt, wobei der Art der Dosierung eine große Variationsbreite eingeräumt werden kann, wie schon aus den genannten Dosierzeiten hervorgeht. Im allgemeinen wird die Säure
30 verdünnt zugesetzt, was eine bessere Dosierungsstaffelung erlaubt:

Man setzt das wäßrige Färbebad mit allen Zutaten, wie Farbstoff, Hilfsmittel und eventuelle Chemikalien, außer der
35 benötigten Säure, an und treibt es zusammen mit dem Farbgut, so rasch wie es die maschinelle Einrichtung zuläßt,

auf die vom Fasermaterial abhängige Färbetemperatur. Hierbei wird bereits im Zuge der Aufheizphase gegenüber den herkömmlichen Arbeitsweisen ein Zeitgewinn von 10 bis 40 Minuten erzielt. Sofort nach Erreichen dieser Färbetemperatur wird mit dem dosierten Zusatz der erforderlichen Säure begonnen. Er kann portionsweise nach einem bestimmten Zeitschema, wie z.B. in dem nachfolgenden Beispiel 1, oder kontinuierlich nach einer vorgegebenen mathematischen Funktion (linear oder z.B. exponentiell oder in der Art einer Parabelfunktion) mit einem Dosiergerät erfolgen, beispielsweise nach dem Prinzip, wie es in der europäischen Offenlegungsschrift EP-A2-O 126 042 erläutert ist. Geräte dieses Typs befinden sich seit neuerer Zeit im Handel.

Während des Säurezusatzes und noch eine gewisse Zeit danach wird die Badtemperatur konstant gehalten. Nach Ablauf der vorgesehenen Färbezeit wird die Färbung wie für Wolle üblich fertiggestellt.

Was das erfindungsgemäß erzielte färberische Ergebnis angeht, so ist es für den Fachmann überraschend gewesen, daß auf Wolle unter den stark sauren Färbebedingungen mit Reaktivfarbstoffen innerhalb kurzer Zeit egale Färbungen mit hohem Echtheitsniveau erhalten werden können, war man doch bisher davon ausgegangen, daß mit abnehmendem pH-Wert das Echtheitsniveau von Wollfärbungen mit Reaktivfarbstoffen stark absinkt. Auch die gute Durchfärbung von z.B. Filzen ist ein besonderes Merkmal des neuen Verfahrens. Hervorzuheben sind fernerhin die ausgezeichnete Flächen- und Faseregalität der Färbungen.

Das Echtheitsniveau von verfahrensgemäß gefärbten Wollartikeln, das nach abgeschlossenem Färbevorgang bereits auf dem Niveau echter Säurefarbstoffe liegt, kann durch eine ammoniakalische Nachbehandlung der Färbung bei pH

8 bis 8,5 und 80°C während 10 Minuten noch weiter verbessert werden.

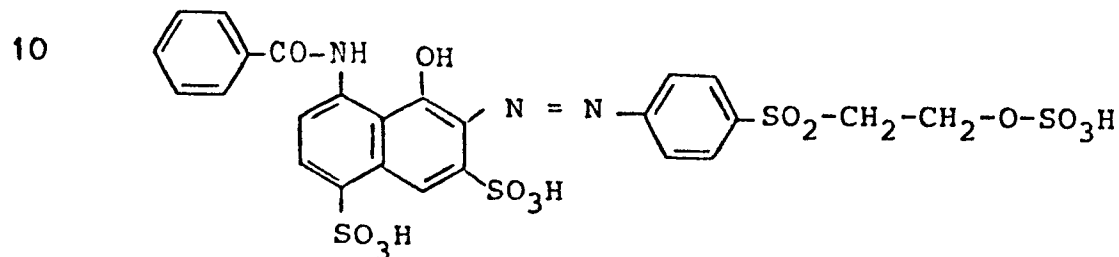
Die nachfolgenden Beispiele sollen das beanspruchte Verfahren in keiner Weise einschränken, vor allem nicht in bezug auf die verwendeten Reaktivfarbstoffe, sondern dienen lediglich zur Illustration des Vorgehens nach der vorliegenden Erfindung. Die in diesen Ausführungsbeispielen enthaltenen Prozentangaben beziehen sich auf das Gewicht der so bezeichneten Gegenstände und sind im Falle von Wolle auf den trockenen Zustand des Farbgutes berechnet. Die genannten Reaktivfarbstoffe werden in handelsüblicher Form und Beschaffenheit eingesetzt.

Farbstoffe, welche Umwandlungsprodukte von Sulfonyl-Reaktivfarbstoffen mit N-Methyltaurin darstellen, liegen nach vorschriftsgemäßen Lösen in der durch die jeweilige Formel wiedergegebene Struktur vor.

Beispiel 1

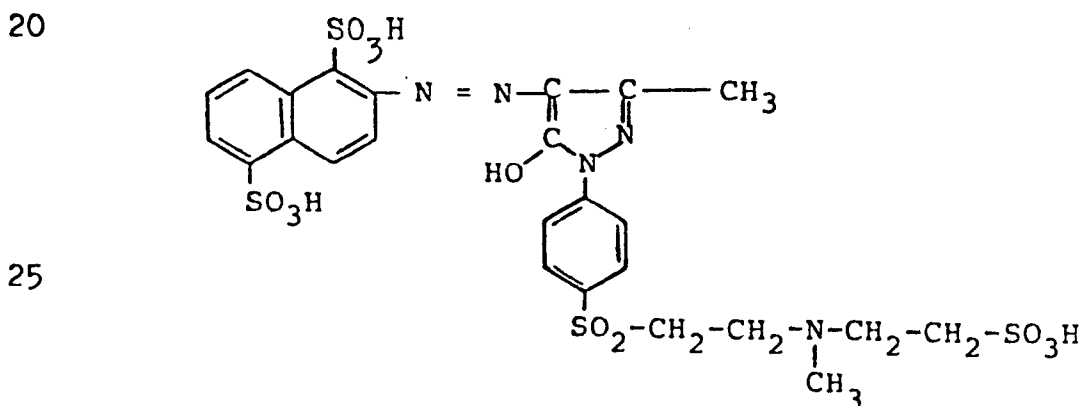
Zum Färben von 80 kg eines mit einer Antifilzausrüstung nicht vorbehandelten Wollgewirkes nach der Ausziehtechnik bei einem Flottenverhältnis von 1:10 wird in einer Färbemaschine ein wäßriges Bad von 40°C mit folgenden Zutaten angesetzt:

3 % des Reaktivfarbstoffes mit der Formel



15

1 % eines durch Umwandlung aus dem entsprechenden Farbstoff vom Vinylsulfon-Typ mit N-Methyltaurin erhaltenen Reaktivfarbstoffes der Formel



1,5 % eines Hilfsmittelgemisches aus dem Umsetzungsprodukt von 1 Mol Stearylamin mit 12 Mol Ethylenoxid, versetzt mit Triisobutylphosphat als Entschäumer, und

10 % Glaubersalz.

Das mit dem Farbgut beschickte Bad wird nunmehr zur Zirkulation gebracht und innerhalb von 10 Minuten auf die Färbetemperatur von 100°C erhitzt. Sofort nach Erreichen dieser Temperatur beginnt man mit dem Zudosieren von ins-

gesamt

0226198

4 % Schwefelsäure (96 %ig),

- 5 was einem Flüssigkeitsvolumen von 3,2 l entspricht. Diese Dosierung soll nach gleichen Zeitabständen portionsweise, aber mengenmäßig progressiv vorgenommen werden. Dazu verdünnt man die Säure durch Eingießen in kaltes Wasser auf ein Volumen von 15 l und setzt von dieser Lösung nach
- 10 jeweils 7 Minuten die folgenden Mengen im Einklang mit der unten angegebenen Staffelung zu:

zu Beginn	nach 7	nach 14	nach 21	nach 28	Minuten
1 l	2 l	3 l	4 l	5 l	der Lösung

15

Während dieser Maßnahme wird die Temperatur des Bades konstant bei 100°C gehalten. Die eingebrachte Säure ist deswegen vorgängig auf etwa Färbetemperatur vorgewärmt worden.

20

Nach Beendigung des Säurezusatzes, der zu einem pH-Wert des Bades von 2,3 geführt hat, wird die Ware weitere 30 Minuten bei gleicher Temperatur weitergefärbt. Dann wird die ausgezogene Flotte samt der gefärbten Wolle abgekühlt,

25

letztere mit Wasser gespült und wie üblich fertiggestellt.

Man erhält eine brillante, gute allgemeine Echtheitseigenschaften aufweisende Rotfärbung des Gewirkes. Entgegen den Erwartungen ist die Egalität der Färbung sehr gut,

30

die Durchfärbung hervorragend.

Beispiel 2

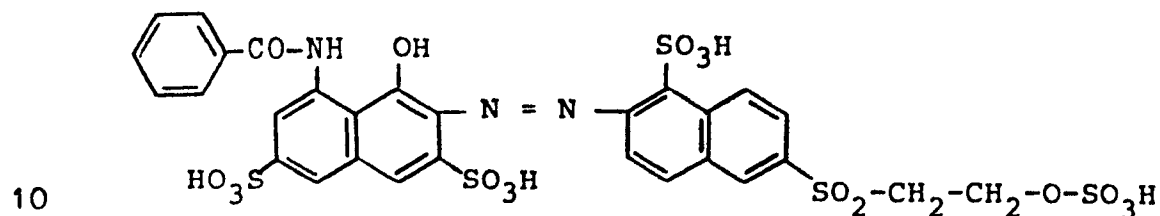
- 60 kg eines Gewebes aus carbonisierter, jedoch anschließend nicht neutralisierter Wolle werden in einem Baum-
- 35 färbeapparat durch Ausziehen bei einem Flottenverhältnis von 1:15 wie folgt gefärbt:

Dazu wird das Farbgut in eine wäßrige Flotte von 40°C ein-

gebracht, die als Bestandteile

3 % des Farbstoffes Reactive Blue 19 mit der C.I. Nr.
61200,

5 1 % des Reaktivfarbstoffes der Formel



1,5 % des Hilfsmittelgemisches gemäß Beispiel 1, und
15 10 % Glaubersalz

enthält, worauf man dieses Färbebad in Zirkulation versetzt
und es innerhalb von 10 Minuten auf die Färbetemperatur
von 100°C erhitzt. Dann werden der unter Fixierbedingungen
20 befindlichen Flotte über ein Dosiergerät vom Typ ADC 100
der Firma ADCON AB, Boras/Schweden

2,4 l Schwefelsäure (96 %ig),

25 mittels Wasser auf ein Volumen von 20 l verdünnt, konti-
nuierlich sowie bei Einhaltung einer pro Zeiteinheit
mengenmäßig 50 %igen Progression während eines Zeitraumes
von 45 Minuten zugesetzt.

30 Nach weiteren 20 Minuten Färbezeit bei 100°C ist die Fär-
bung beendet. Daraufhin kühlt man Flotte und Ware ab,
spült letztere mit Wasser und stellt die gefärbte Wolle
wie üblich fertig.

35 Man erhält eine sehr gut egale Blaufärbung des Wollgewebes
mit guten Echtheitseigenschaften.

Beispiel 3

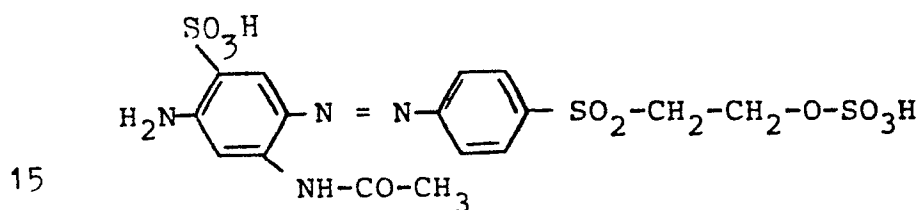
120 kg eines nicht filzfrei ausgerüsteten Wollgarnes sind auf X-Spulen aufgemacht durch Ausziehen bei einem Flottenverhältnis von 1:15 echt Schwarz zu färben.

5

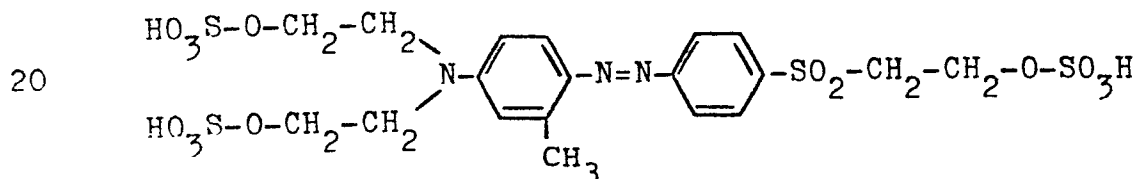
Für diese Aufgabe wird ein wäßriges Färbebad von 60°C mit

5 % des Farbstoffes Reactive Black 5 mit der C.I.-Nr. 20505

10 0,5 % des Reaktivfarbstoffes der Formel



0,5 % des Reaktivfarbstoffes der Formel



1 % des Hilfsmittelgemisches gemäß Beispiel 1, und

10 % Glaubersalz

25

beschickt und zusammen mit der eingebrachten Ware im Verlauf von 15 Minuten auf die Färbetemperatur von 106°C aufgeheizt. Dann beginnt man manuell mit der Säuredosierung, portionsweise in linearen Mengen nach jeweils gleichen Zeitabständen, in die unter Fixierbedingungen stehende Flotte. Dazu werden

30

5,2 l Schwefelsäure (96 %ig),

35 mittels Wasser auf ein Volumen von 10 l verdünnt und von dieser Lösung, welche man zweckmäßig vorwärmt, wird alle 3 Minuten jeweils 1 l dem Bad zugegeben. Nach dem letzten Säurezusatz färbt man die Ware noch weitere 20 Minuten bei der angegebenen Temperatur, und kühlt Bad samt Farbgut

dann ab, spült die gefärbte Wolle mit Wasser und stellt diese wie üblich fertig.

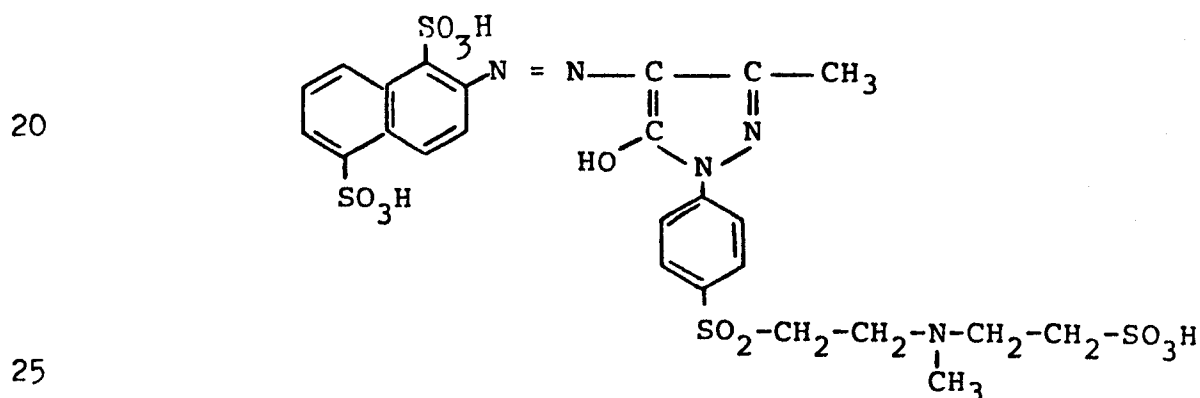
Man erhält die gewünschte echte und egale Schwarzfärbung des Garns. Die Durchfärbung der Spulen ist ausgezeichnet.

Beispiel 4

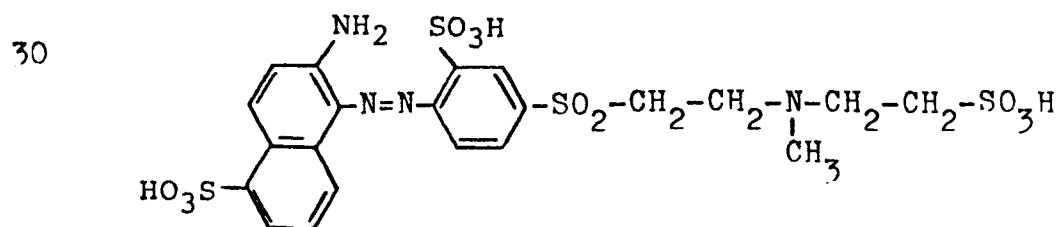
200 kg eines gewöhnlichen Wollkammzuges sind im Packsystem durch Ausziehen bei einem Flottenverhältnis von 1:8 zu färben:

Man beschickt dazu eine wäßrige Flotte von 50°C mit

0,5 % eines durch Umwandlung aus dem entsprechenden Farbstoff vom Vinylsulfon-Typ mit N-Methyltaurin erhaltenen Reaktivfarbstoffes der Formel



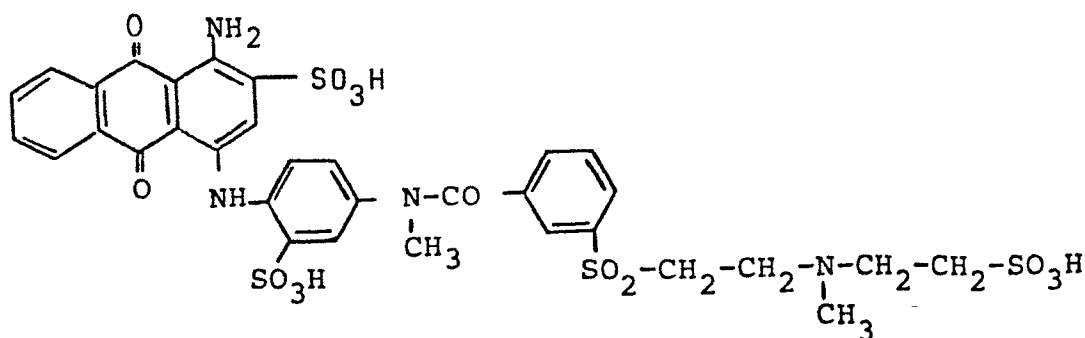
0,5 % eines durch Umwandlung aus dem entsprechenden Farbstoff vom Vinylsulfon-Typ mit N-Methyltaurin erhaltenen Reaktivfarbstoffes der Formel



0,5 % eines durch Umwandlung aus dem entsprechenden Farbstoff vom Vinylsulfon-Typ mit N-Methyltaurin er-

0226198

haltenen Reaktivfarbstoffes der Formel



1,5 % des Hilfsmittelgemisches gemäß Beispiel 1, und
10 % Glaubersalz,

heizt das Bad innerhalb von 15 Minuten auf die Färbetempe-
15 ratur von 106°C auf und beginnt sofort mit der kontinuier-
lichen, programmgesteuerten Säuredosierung mit der Maßgabe,
daß unter den genannten Temperaturbedingungen zu dieser
Flotte

3 l Schwefelsäure (96 %ig),

20 mittels Wasser auf ein Volumen von 30 l verdünnt, bei Ein-
haltung einer pro Zeiteinheit mengenmäßig 60 %igen
Progression während einer Zeitdauer von 45 Minuten zuge-
setzt werden.

25 Nach Abschluß der Dosierung wird die Ware noch 10 Minuten
bei 106°C weitergefärbt, dann zusammen mit der Flotte ab-
gekühlt, mit Wasser gespült und wie für Wolle üblich
fertiggestellt.

30 Man erhält einen sehr gute egalten braunen Kammzug.

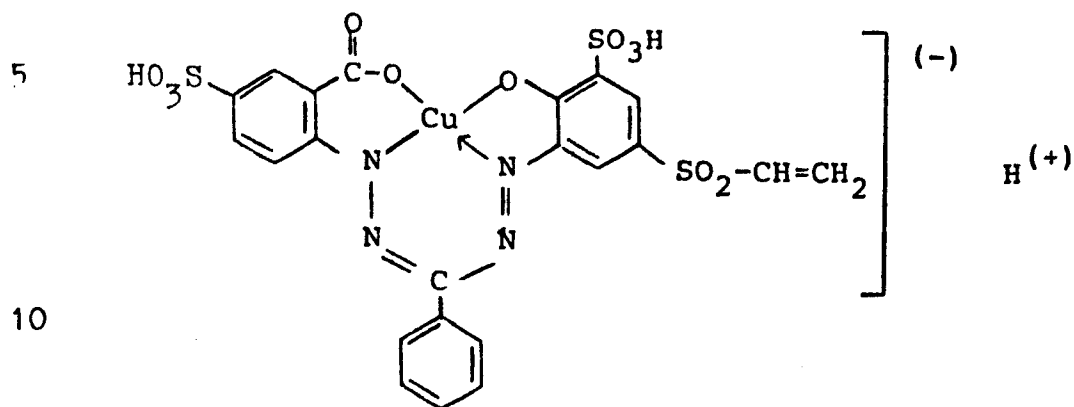
Beispiel 5

60 kg eines carbonisierten, jedoch anschließend nicht
35 neutralisierten Wollkrepp-Gewebes sollen durch Ausziehen
bei einem Flottenverhältnis von 1:20 gefärbt werden:

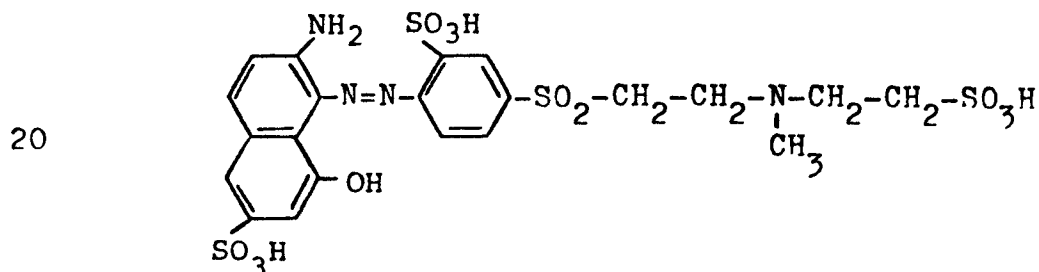
Dazu werden in einem wäßrigen Bad von 50°C

0226198

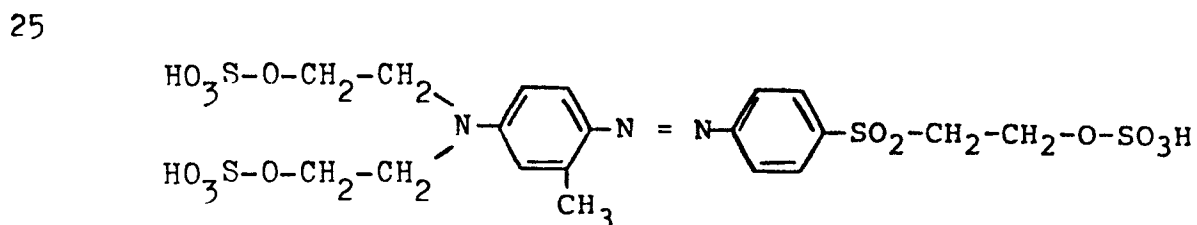
4 % des Reaktivfarbstoffes der Formel



0,5 % eines durch Umwandlung aus dem entsprechenden Farbstoff vom Vinylsulfon-Typ mit N-Methyltaurin erhaltenen Reaktivfarbstoffes der Formel



0,25 % des Reaktivfarbstoffes der Formel



30

1,5 % des Hilfsmittelgemisches gemäß Beispiel 1, und
10 % Glaubersalz

in Lösung gebracht. Man treibt nun die Temperatur dieser
35 Flotte im Verlauf von 10 Minuten auf 98°C (Kochtemperatur bei gegebener Höhenlage) und dosiert dann mittels eines Gerätes vom Typ ADC 100 der Firma ADCON AB, Borås/Schweden

3 l Schwefelsäure (96 %ig)

mit Wasser auf ein Volumen von 30 l verdünnt, unter
Einhaltung einer pro Zeiteinheit mengenmäßig 60 %igen
Progression während einer Zeitdauer von 30 Minuten bei
gleichbleibender Temperatur kontinuierlich in das Färbe-
5 bad ein.

Nach weiteren 30 Minuten Färbezeit bei 98°C kühlt man die
Flotte durch Zulauf von kaltem Wasser ab, spült klar und
kann dann die gefärbte Ware dem Färbekessel entnehmen.

10

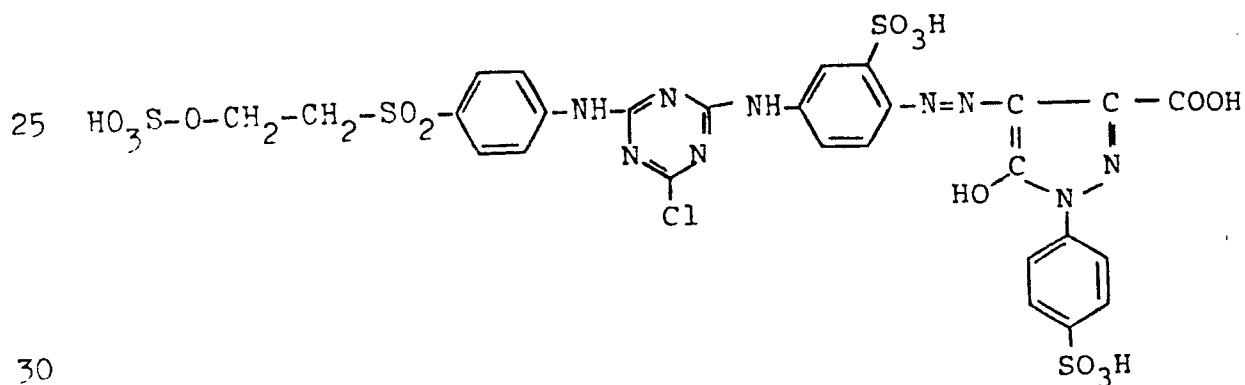
Man erhält eine Dunkelblau-(Marine)Färbung des Gewebes
mit ausgezeichnete Egalität und sehr schönem Warenbild.

Beispiel 6

15 In einer Jet-Färbemaschine sind 70 kg eines normalen
Wollkrepp-Gewebes bei einem Flottenverhältnis von 1:8
nach der Ausziehmethode zu färben.

Man setzt dafür durch Lösen in Wasser von 50°C ein wäßriges
20 Bad enthaltend

1,5 % des Reaktivfarbstoffes der Formel



10 % Glaubersalz und

1,5 % des Hilfsmittelgemisches gemäß Beispiel 1

an und heizt es innerhalb von 10 Minuten auf 106°C auf.
35 Sofort nach Erreichen dieser Färbetemperatur beginnt man
mit dem dosierten Zusatz von

2,8 l Schwefelsäure (96 %ig),

die vorher in 15 l kaltes Wasser eingegossen worden waren,
in der Art, daß mittels einer Dosiervorrichtung bei Ein-
haltung einer pro Zeiteinheit mengenmäßig 50 %igen Pro-
gression in insgesamt 20 Minuten die verdünnte Säure
5 kontinuierlich der Färbeflotte zudosiert wird.

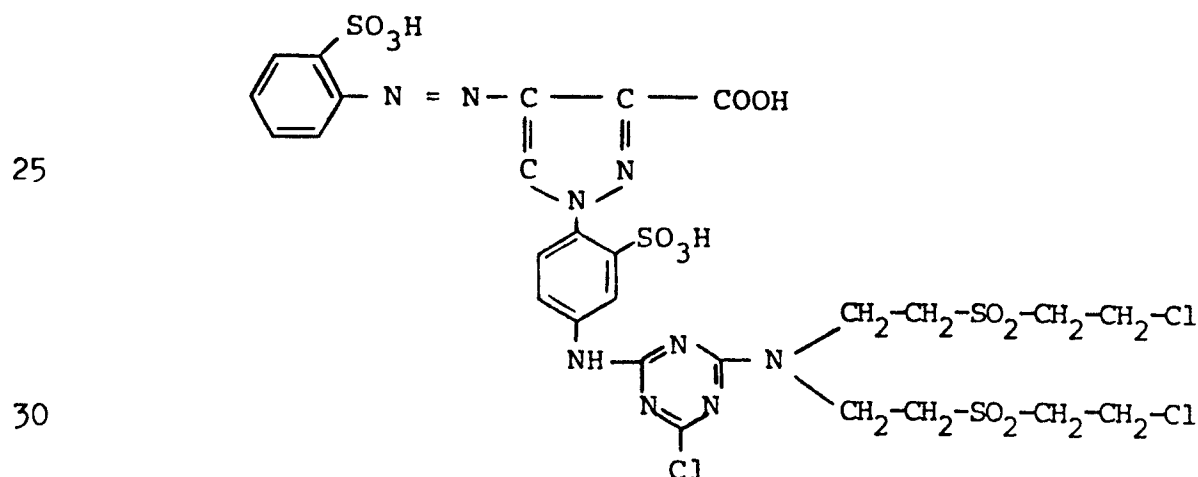
Man färbt das Gewebe daraufhin weitere 30 Minuten bei
106°C, kühlt Flotte samt Ware dann ab, spült die letztere
mit Wasser und stellt das gefärbte Gut schließlich in üb-
10 licher Weise fertig.

Man erhält eine brillante Orangefärbung der Wolle mit
hohem Echtheitsniveau.

15 Beispiel 7

Wird bei der Durchführung der Färbeoperation gemäß Vor-
schrift von Beispiel 6 der dort verwendete Farbstoff
hier durch

20 2 % des Reaktivfarbstoffes der Formel



ersetzt und sonst genauso wie im Beispiel 6 verfahren, dann
erhält man eine brillante Gelbfärbung der Wolle mit sehr
35 guten Echtheitseigenschaften, die ohne Nachbehandlung
dem Standard einer unter den herkömmlichen Bedingungen
erzeugten Reaktivfärbung entsprechen.

1. Verfahren zum egalen Färben von Wolle oder des Woll-
anteils von Fasermischungen nach der Auszieh färbe-
technik in stark saurem Medium mit wäßrigen Flotten
von Reaktivfarbstoffen, die in ihrem Molekül minde-
stens eine Gruppierung aufweisen, welche bei Fixierbe-
dingungen mit der Faser über die Vinylsulfon-Form
unter nucleophiler Addition in Reaktion tritt, dadurch
gekennzeichnet, daß man die solche Farbstoffe vom
Vinylsulfon-Typ und gegebenenfalls alle sonstigen
Zutaten, aber keine zur Fixierung der Farbstoffe er-
forderliche Säure oder säureabgebende Mittel ent-
haltende Ausziehflotte zusammen mit dem Farbgut so
rasch wie möglich sowie in einem Zuge auf die Färbe-
temperatur im Bereich von 95°C bis 110°C erhitzt,
daß man nach Erreichen derselben bei Aufrechterhaltung
von entsprechenden isothermen Bedingungen für die
Farbstoff-Fixierung dem aufgeheizten Färbebad dann
Schwefelsäure - über einen längeren Zeitraum hinweg
verteilt - zusetzt und die Wolle bei pH-Werten zwischen
2 und 3 färbt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
daß der Zusatz der gesamten Säure diskontinuierlich
in gleichen Mengenteilen nach gleichen Zeitabständen
vorgenommen wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
daß der Zusatz der gesamten Säure kontinuierlich
in gleicher Menge pro Zeiteinheit vorgenommen wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
daß der Zusatz der gesamten Säure diskontinuierlich
in ansteigenden Mengenteilen nach gleichen Zeit-
abständen vorgenommen wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
daß der Zusatz der gesamten Säure kontinuierlich
in ansteigender Menge nach einem bestimmten Zeit-
schema entsprechend einer mathematischen Funktion vor-
genommen wird.
5
6. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1
bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Zusatz der
gesamten Säure innerhalb eines Zeitraumes von 10 bis
10 45 Minuten vorgenommen wird.
7. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1
bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlungszeit
der Wolle bei Färbetemperatur insgesamt zwischen 60
15 und 70 Minuten beträgt.
8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1
bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man die Wolle mit
solchen Reaktivfarbstoffen färbt, die außer einer
20 Reaktivgruppe vom Vinylsulfon-Typ noch mindestens
eine Monochlortriazinyl- oder Monofluortriazinyl-
Gruppe aufweisen.
9. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1
25 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß man mit einer Anti-
filzausrüstung nicht vorbehandelte Wolle färbt.
10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet,
daß man carbonisierte Wolle färbt, die keiner vor-
30 gängigen Neutralisation unterworfen worden ist.