

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11)

Veröffentlichungsnummer:

0 273 300
A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 87118641.7

(51) Int. Cl. 4: **D06P 3/872**, **D06P 3/54**,
//D06P5/02,D06P3/66

(22) Anmeldetag: 16.12.87

(30) Priorität: 20.12.86 DE 3643752

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
06.07.88 Patentblatt 88/27

(64) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI

(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)
Erfinder: **Paul, Wilfried, Dr.**
Sachsenring 6
D-6238 Hofheim am Taunus(DE)

(54) **Verfahren zum einbadig/einstufigen Färben von Mischungen aus carrierfrei färbbaren Polyesterfasern und Cellulosefasern.**

(57) Wie sich aufgrund von Praxisversuchen betreffend das einbadig/einstufige Färben von Cellulosefasern in Mischung mit regulären PES-Fasern aus wäßrigem Medium mit Kombinationen von Reaktiv- und Dispersionsfarbstoffen herausgestellt hat, führt der gemeinsame Einsatz der beiden unterschiedlichen Typen von Farbmitteln nach dem HT-Prozeß durch Ausziehen im neutralen pH-Bereich zu einer Reihe von Unzulänglichkeiten: Dieser pH-Wert ist unter HT-Bedingungen zu hoch für viele Dispersionsfarbstoffe und zu niedrig für die üblichen Reaktivfarbstoffe. Im Verein mit weiteren Untersuchungen auf diesem Arbeitsgebiet konnte abweichend davon nachgewiesen werden, daß viele Dispersionsfarbstoffe, die bei der HT-Färbung im Neutralbereich instabil sind, sich bei Kochtemperatur in einer neutralen Flotte jedoch als völlig stabil erweisen. Damit war die Gewähr dafür gegeben, daß sich bei der erfindungsgemäßen Umsetzung dieses Befundes Farbstoffgemische auf der genannten Basis gezielt für das Auszieh färben von bei Kochtemperatur ohne die Mitwirkung von Carriersubstanzen färbbaren Polyesterfasern in Mischung mit Cellulosefasern verwenden lassen, wobei man unerwarteterweise eine bessere Farbausbeute und Reproduzierbarkeit des coloristischen Ergebnisses als bei der entsprechenden Färbung unter HT-Bedingungen erzielt.

EP 0 273 300 A2

Verfahren zum einbadig/einstufigen Färben von Mischungen aus carrierfrei färbaren Polyesterfasern und Cellulosefasern

Die vorliegende Erfindung betrifft das einbadig/einstufige Färben von Textilmaterial aus linearen Polyesterfasern in Mischung mit Cellulosefasern nach der Ausziehtechnik aus wäßrigem Medium gleichzeitig mit Dispersionsfarbstoffen und Reaktivfarbstoffen unter angenähert neutralen pH-Bedingungen bei im wesentlichen Kochtemperatur der dazu benutzten Behandlungsflüssigkeit.

5 Für das Färben von Mischungen aus regulären Polyester(PES)-Fasern und Cellulosefasern nach der Ausziehmethode mit den für diese beiden Fasertypen jeweils geeigneten Farbstoffen gibt es in der Praxis eine große Anzahl verschiedener Arbeitsweisen. Aus Anlaß der voneinander abweichenden Fixierbedingungen für die dabei in Betracht zu ziehenden Farbstoff-Kategorien gestalten sich die allermeisten dieser Verfahrensvarianten mehrstufig und sind damit sehr zeit- und kostenaufwendig, so das Zweibad-Verfahren,
10 bei dem jede Komponente der Fasermischung für sich aus separater Flotte gefärbt wird. Zu den mehrstufigen Verfahren auf dem genannten Anwendungsgebiet gehören auch solche unter Einsatz von Kombinationen aus Dispersions- und Reaktivfarbstoffen im gleichen Bad (Einbad-Verfahren) mit zwischengeschalteter pH-Umstellung (DE-B-21 58 314) oder mit gleitendem pH-Übergang im Verlauf der Färboperation vom sauren ins alkalische Milieu oder umgekehrt (DE-B-14 69 750 und DE-B-16 19 464).

15 Desgleichen stehen für das gemeinsame Colorieren derartiger Mischungen aus regulären PES-Fasern und Cellulosefasern mit Dispersionsfarbstoffen und Reaktivfarbstoffen auch einbadig/einstufige Ausziehfärbeweisen zur Verfügung, gemäß denen die im Behandlungsbad nebeneinander vorliegenden Farbstofftypen simultan auf den beiden Bestandteilen des Fasergemisches fixiert werden. Solche speziellen Prozesse müssen in erster Linie auf die Bereitstellung von für die unterschiedlichen Farbstoffe gleichermaßen zuträglichen Verhältnissen beim Auszieh- und Fixiervorgang ausgerichtet sein. Aus diesem
20 Grunde unterliegen sie im Falle der eingesetzten Reaktivfarbstoffe gewöhnlich der Einschränkung in Bezug auf eine bestimmte chemische Konstitution ihres faserreaktiven Systems (DE-A-33 14 663) und verlangen während des Färbens die Einhaltung zumindest weitgehender pH-Konstanz, gegebenenfalls unter Mitwirkung von Puffersubstanzen (EP-B-0 021 044 und DE-B-29 13 718), was die für die meisten Dispersionsfarbstoffe schädliche, sonst jedoch übliche alkalische Fixierung der Reaktivfarbstoffe ausschließt. Das gleiche
25 Erfordernis wird bei der Durchführung des aus der DE-B-28 35 035 bekannten Hochtemperatur(HT)-Ausziehverfahrens in Abwesenheit von irgendwelchen pH-regulierenden Chemikalien erreicht, indem man das beim herkömmlichen Lösen des Reaktivfarbstoffes in Wasser sich in der Flotte selbsttätig einstellende pH-Niveau für die Belange der Färbung unmittelbar nutzbar macht, ohne dadurch auf eine besondere Farbstoffauswahl angewiesen zu sein.

Trotz der zuvor erwähnten, vom Stand der Technik vorgesehenen Maßnahmen zur Behebung der Unzulänglichkeiten für die einbadig/einstufige Ausziehfärbung von PES-/Cellulose-Fasermischungen führen die in diesem Zusammenhang empfohlenen Richtlinien immer noch zu einer ganzen Reihe von coloristischen Problemen:

35 So wird für das gemeinsame Färben der beiden Bestandteile des Fasergemisches ein pH-Wert benötigt, bei dem sowohl der Reaktivfarbstoff als auch der Dispersionsfarbstoff sicher, reproduzierbar und mit voller Farbausbeute auf die jeweilige Faserkomponente aufziehen. Dies ist jedoch entsprechend den bisher gültigen Vorschriften für ein solches Vorhaben normalerweise nicht der Fall, da die betreffenden Reaktivfarbstoffe von festgelegter Struktur im allgemeinen einen zumindest schwach alkalischen pH-Bereich
40 für die volle Farbausbeute benötigen und weil zur Fixierung der meisten bekannten Dispersionsfarbstoffe - schwach saure pH-Bedingungen erforderlich sind. Wählt man indessen für den beabsichtigten Zweck gezielt solche Dispersionsfarbstoffe aus, die einen schwach alkalischen pH-Wert zerstörungsfrei überdauern, so handelt es sich dabei dann häufig um Farbmittel mit schlechten Echtheiten oder um sehr teure bzw. farbschwache Produkte. Beispielsweise sind die Farbstoffe C.I. Disperse Blue 79 (11345) oder
45 C.I. Disperse Red 90 (11117) oder C.I. Disperse Yellow 66 nicht bei pH-Werten über 6 einsetzbar und beispielsweise ergeben die Farbstoffe C.I. Disperse Yellow 54 oder C.I. Disperse Red 281 oder C.I. Disperse Blue 56 auf regulären PES-Fasern nur Färbungen mit niedrigen Thermofixierlichkeiten.

Hinzu kommt, daß reguläre PES-Fasern im Ausziehverfahren entweder bei Kochtemperatur oder einer Temperatur bis 106°C unter Zuhilfenahme von Carriern, oder aber unter HT-Bedingungen (120-125°C)
50 ohne Mitverwendung eines Carriers gefärbt werden müssen. Dies bringt einerseits mit sich, daß im Kochtemperaturbereich die Auswahl der in Frage kommenden Dispersionsfarbstoffe sowohl durch die Notwendigkeit ihrer Eignung für die Carrier-Färberei als auch durch das Gebot nach ihrer Unversehrtheit beim Einsatz unter schwach alkalischen pH-Werten eingeengt wird. Im HT-Bereich müssen aber andererseits für die Erzielung einer bestmöglichen Farbausbeute der betreffenden Reaktivfarbstoffe hohe Salzmen-

gen verwendet werden, und diese hohe Salzmengen führen wiederum in vielen Fällen bekanntlich zum Zusammenbruch des Dispersionsfarbstoff-Finishs und damit zu Farbstoff-Abfiltrationen auf der Ware, wodurch Flecken und Unegalitäten auf der Färbung verursacht werden.

Außerdem kommt man im Alltag der textilen Färberei nur selten ohne eine Nachnuancierung (Zusätze von weiteren Farbstoffmengen) von Fehlfärbungen aus. Die Praxis beweist, daß solche Nachsätze der betreffenden Reaktivfarbstoffe bei der HT-Färbeweise oft zu unegalenen Färbungen führen.

Der nachstehend erläuterten Erfindung stellte sich also die Aufgabe, Polyester-/Cellulose-Fasermischungen einbadig/einstufig im Ausziehprozeß mit Dispersions- und Reaktivfarbstoffen zeit- und kostensparend färben zu können. Unerläßlich für die Brauchbarkeit einer mit dieser Zielsetzung entwickelten neuen Methode sind gute Farbausbeute und Reproduzierbarkeit der Färbungen, Unabhängigkeit von Schwankungen der Färbebedingungen sowie Egalität des Warenbildes der Verfahrenserzeugnisse.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, daß man die geschilderten Nachteile erfindungsgemäß vermeiden kann, wenn man Mischungen aus carrierfrei färbbaren PES-Fasern und Cellulosefasern durch Ausziehen von Färbeflüssigkeiten im Kochtemperaturbereich einbadig/einstufig bei pH-Werten um den Neutralpunkt unter Salzzusatz sowie unter Verwendung von Dispersionsfarbstoffen und ausgewählten Reaktivfarbstoffen färbt.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist somit ein Verfahren zum einbadig/einstufigen Färben von Textilmaterial aus linearen Polyesterfasern in Mischung mit Cellulosefasern nach der Ausziehtechnik aus wäßrigem Medium gleichzeitig mit Dispersionsfarbstoffen und Reaktivfarbstoffen unter angenähert neutralen pH-Bedingungen durch Erhitzen auf um den Kochpunkt liegende Badtemperaturen, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß als Färbegut carrierfrei färbbare Polyesterfasern aufweisende Mischungen mit den Cellulosefasern aus elektrolythaltigen Flotten enthaltend Kombinationen von dispergierten bzw. gelösten Farbstoffen der obigen unterschiedlichen Gattungen für beide Fasertypen sowie gegebenenfalls noch übliche Färbereihilfsmittel, ausgenommen Carrier, in Gegenwart von pH-regulierenden Chemikalien bei pH-Werten im Bereich zwischen 6 und 8,5, vorzugsweise zwischen 6,5 und 8, sowie bei Temperaturen zwischen 90° und 105°C, vorzugsweise zwischen 95° und 100°C, gefärbt werden.

Unter carrierfrei färbbaren PES-Fasern im Sinne dieser Erfindung versteht man solche hydrophoben, synthetischen Fasern, welche infolge spezieller Modifikation der grundlegenden Faserbestandteile mit Dispersionsfarbstoffen bei Kochtemperatur ohne den Zusatz von Carriern (Färbebeschleunigern) angefärbt werden können und hierbei eine ähnlich gute Färbbarkeit zeigen wie reguläre PES-Fasern ("normal" färbbare, unmodifizierte PES-Fasertypen), die selbst bei Kochtemperatur mit Carrierzusatz oder unter HT-Bedingungen gefärbt werden müssen. Eine Modifikation dieser Gattung beinhaltet das Einkondensieren von die normale Festigkeit des einheitlichen polymeren Fasergefüges auflockernden Kettengliedern aus bifunktionellen, esterbildenden monomeren Verbindungen in die als Basispolymere dienenden Polyester. Dies kann z.B. durch den Einbau anderer polymerisierbarer Verbindungen wie von aliphatischen Dicarbonsäuren oder Hydroxycarbonsäuren, oder von längerkettigen Diolen, wie aus Polyethylenoxiden oder Polypropylenoxiden, in Form eines Blockcopolymeren in Polyethylenterephthalat (PETP) erreicht werden. Eine im Vergleich zum PETP-Blockpolymerisat strukturell unterschiedlich geartete Faservariante stellt die Polybutylenterephthalatfaser (PBTP) dar, welche sich verfahrensgemäß ebenfalls als brauchbar erwiesen hat. Auch Mischpolymerisate aus Ethylenterephthalat und Säuregruppen tragenden Comonomeren gehören zu den carrierfrei färbbaren PES-Fasern. Zusätzlich fallen darunter auch noch PES-Fasertypen mit inkorporierten phosphorhaltigen Kettengliedern, die durch Copolymerisation von phosphor-organischen Verbindungen auf Basis von bifunktionellen Phosphinsäurederivaten, beispielsweise Carboxyphosphinsäuren gemäß DE-C-23 46 787, in lineare Phthalsäureester flammhemmend ausgerüstet und gleichzeitig bei niedrigen Temperaturen färbbar geworden sind.

Zu den zusammen mit der oben definierten, besonderen PES-Faserkomponente als der zweite Bestandteil in den erfindungsgemäß eingesetzten Fasermischungen vorliegenden Cellulosefasern zählen in erster Linie Baumwolle, mercerisierte und laugierte Baumwolle, fernerhin Regeneratcellulose, Leinen wie auch andere natürliche Fasern von cellulosehaltigem Ursprung.

Die materielle Zusammensetzung der nach dem beanspruchten Verfahren zu färbenden textilen Artikel betreffend kann das Mischungsverhältnis von carrierfrei färbbarer PES-Faser zur Cellulosefaser über einen weiten Bereich variieren und -bezogen auf das Gewicht - zwischen 5:95 und 95:5, vorzugsweise zwischen 30:70 und 70:30 betragen, wobei die anteiligen Mengen der beiden unterschiedlichen Faserkomponenten sich jeweils auf 100 Teile der Gesamtmischung ergänzen. Im Falle der zugrundeliegenden Einzelfaserkomponenten können hierbei überdies auch Mischungen aus mehreren verschiedenartigen PES- und/oder Cellulosefasern vorhanden sein.

Die in Rede stehende Erfindung ist prinzipiell anwendbar auf das Färben der zuvor genannten Fasermischungen in allen Aufmachungsformen (Verarbeitungszuständen), z.B. als Gewebe, Gewirke, Vlies, Garn,

loses Material oder Kammzug. In diesem Zusammenhang kann es sich um innige Fasermischungen oder um Substrate aus kette- und schußmäßig verschiedenen Fasern handeln.

Das Färben der zuvor erläuterten Fasermischungen mit Dispersions- und Reaktivfarbstoffen entsprechend den speziellen Bedingungen des beanspruchten Verfahrens wird nach der herkömmlichen Auszieh-
 5 technik ausgeführt. Zu diesem Behuf kommen alle für die Ausziehfarbung geeigneten Farbeaggregate in Frage.

Der pH-Wert der dafür verwendeten wäßrigen Färbebäder wird erfindungsgemäß durch Zusatz von pH-regulierenden Chemikalien wie anorganischen Säuren oder wasserlöslichen organischen Mono- oder Dicarbonsäuren aus der Klasse von aliphatischen oder aromatisch substituierten Verbindungen oder deren
 10 wasserlöslichen Salzen bzw. mittels Alkali- oder Erdalkalihydroxiden oder Mischungen dieser Verbindungen auf Werte zwischen 6 und 8,5, vorzugsweise zwischen 6,5 und 8, mit oder ohne Zuhilfenahme von Pufferung eingestellt.

Von den als Elektrolyt in den Ausziehflotten anwesenden Neutralsalzen sind vor allem Na-Chlorid (Kochsalz, Meersalz, Steinsalz) und kristallisiertes oder wasserfreies Di-Na-Sulfat (Glaubersalz) sowie auch
 15 Phosphate, Acetate, Borate, Carbonate aber auch andere Salze des Natriums oder Kaliums zu nennen. Im Falle von Kochsalz und Glaubersalz betragen die dafür erforderlichen Mengen gewöhnlich 10 - 100 g/l, vorzugsweise 20 - 80 g/l.

Unter dem Begriff "Kochtemperaturbereich" ist erfindungsgemäß der Spielraum zwischen 90° und 105°C, vorzugsweise zwischen 95° und 100°C zu verstehen, wobei die gegebenenfalls geringfügig über
 20 dem Kochpunkt des Färbebades beim jeweiligen Normaldruck (atmosphärischem Druck) liegenden Temperaturen unter erhöhtem Druck zustande kommen können. Die soeben gemachte Aussage über die Temperaturführung des Ausziehprozesses betrifft die Farbe-Endtemperatur, d.h., man beginnt zumeist bei tieferen Temperaturen (beispielsweise zwischen 20° und 60°C) mit der Färbung und erwärmt dann die Flotte auf die zuvor erwähnte Färbetemperatur.

Die erfindungsgemäßen Maßnahmen zur Durchführung der einbadig/einstufigen Färbeweise schließen
 25 ein, daß Dispersionsfarbstoff, Reaktivfarbstoff, pH-regulierende Substanzen, Neutralsalz, eventuell Dispergiermittel und/oder weitere Färbereihilfsmittel (ausgenommen Carrier) bereits von Beginn an dem Färbebad zugesetzt werden, bevor dieses auf die Farbe-Endtemperatur erhitzt wird. Die Färbedauer selbst bei der Farbe-Endtemperatur beträgt zwischen 10 Minuten und 3 Stunden, vorzugsweise zwischen 30 Minuten und
 30 2 Stunden.

Nach Abschluß der Färbung, d.h. nach erfolgter Beendigung des Ausziehvorganges, wird das Bad samt dem darin befindlichen Textilgut gegebenenfalls abgekühlt. Die gefärbte Ware wird sodann durch Spülen mit Wasser mit oder ohne Tensidzusatz, heißes oder kochendes Seifen sowie nochmaliges Spülen mit
 35 Wasser fertiggestellt. Auch alternierendes Dämpfen mit Sattdampf und Spülen mit kaltem oder warmem Wasser kommt für die Fertigstellung in Betracht. Des weiteren ist eine Nachbehandlung der Färbung mit praxisüblichen kationischen Nachbehandlungsmitteln von Nutzen.

Nach dem beanspruchten Verfahren können auf den beiden Faser-Mischungskomponenten sowohl Ton-in-Ton-Färbungen erzeugt als auch Multicolor-Effekte einnuanciert werden.

Unter den erfindungsgemäß einsetzbaren Dispersionsfarbstoffen sind im Prinzip alle für die Färbung
 40 von carrierfrei färbbaren PES-Fasern bekannten Produkte zu verstehen. Die meisten Vertreter dieser Farbstoffklasse gehören ihrer Konstitution nach zu den Azo-, Anthrachinon-, Nitro- oder Chinophthalon-Verbindungen, sind vorwiegend carboxyl- und/oder sulfonsäuregruppenfrei und können im Falle der Azofarbstoffe als Metallkomplexverbindung vorliegen. Mit Vorteil macht man in dieser Hinsicht von solchen Dispersionsfarbstoffen Gebrauch, welche unter der Gattungsbezeichnung (C.I. Generic Name)

45 C.I. Disperse Yellow 5, 7, 23, 42, 54, 56, 58, 60, 64, 70, 79, 100, 104, 114, 122, 146, 163, 201, 204, 218, C.I. Disperse Orange 1, 3, 13, 20, 25, 29, 30, 32, 33, 38, 45, 53, 54, 61, 66, 76, 130, C.I. Disperse Red 43, 50, 54, 54:1, 60, 65, 73, 75, 86, 88, 91, 92, 122, 132, 135, 143, 150, 152, 153, 154, 159, 167, 167:1, 169, 177, 182, 183, 184, 191, 194, 200, 202, 206, 207, 210, 225, 258, 281, 312, 319, 323, 324, 338, 343, 358,

50 C.I. Disperse Violet 26, 27, 28, 63, 77 und

C.I. Disperse Blue 35, 55, 56, 60, 73, 81, 87, 143, 183, 185, 198, 333, 345

im COLOUR INDEX, 3. Auflage 1971 sowie Ergänzungen 1975 und 1982 geführt werden.

Von den für die Durchführung der vorliegenden Erfindung zum Färben des Cellulosefaseranteils in Betracht gezogenen, vorzugsweise höher substantiven Reaktivfarbstoffen sind vor allem solche organischen
 55 Verbindungen mit Farbstoffcharakter von Interesse, die als faserreaktives System eine an einen aromatischen Kern der Chromophors direkt oder über ein kurzkettiges, vorzugsweise aliphatisches Brückenglied gebundene

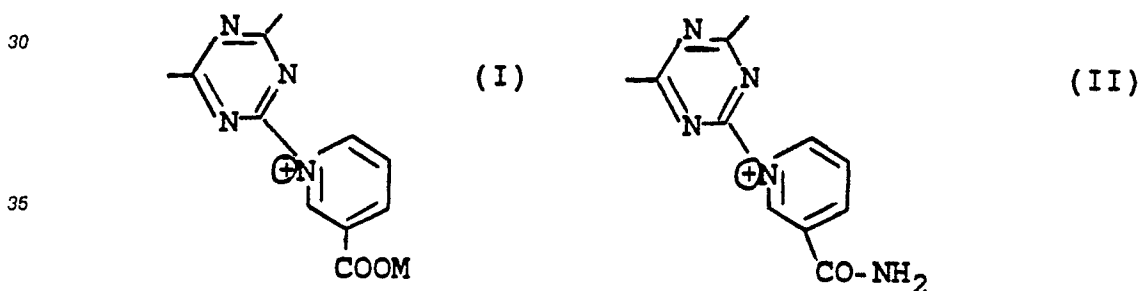
Vinylsulfonyl-, β -Sulfato-ethylsulfonyl-, β -Thiosulfato-ethylsulfonyl-, β -Chlor-ethylsulfonyl-, β -Dialkylamino-

ethylsulfonyl-, Ethylen-imidyl-, gegebenenfalls substituierte Acrylamid - (wie das α -Brom-oder β -Tetrafluorocyclobutyl-Derivat), α -Chloressigsäure-amid-, β -Chlor-bzw. β -Sulfato-bzw. β -Alkylsulfon-propionsäure-amid-bzw. -sulfonamid-, Monochlor-triazinyl-, Dichlor-triazinyl-, Monofluor-triazinyl-, Difluor-triazinyl-, gegebenenfalls substituierte Pyridinium-triazinyl-, Monochlor-pyrimidinyl-, Dichlor-pyrimidinyl-, Trichlor-pyrimidinyl-, Monofluor-pyrimidinyl-, Difluor-pyrimidinyl-, Monochlor-difluor-pyrimidinyl-, Methylsulfonyl-chlor-methyl-pyrimidinyl-, Fluor-chlor-methyl-pyrimidinyl-, Monochlor-pyridazinyl-, Dichlor-pyridazinyl-, Monofluor-pyridazinyl-, Difluor-pyridazinyl-, Monochlor-chinoxaliny-, Dichlor-chinoxaliny-, Monofluor-chinoxaliny-, Difluor-chinoxaliny-, Dichlor-phthalazinyl-oder Difluor-phthalazinyl-Gruppierung einfach oder mehrfach, gegebenenfalls von unterschiedlicher Natur, am gleichen Molekül umfassen und in denen im Falle des Vorhandenseins von verschiedenartigen Reaktivgruppen, Vorläufer hierfür (die derartige charakteristische Gruppierungen während des Färbeprozesses bilden) oder reaktionsfähigen Substituenten (die leicht abspaltbar sind und einen elektrophilen Rest hinterlassen) gleichzeitig solche zur Verfügung stehen können, welche sich mit den OH-gruppenhaltigen Bestandteilen des Fasermoleküls nach einem Additionsmechanismus bzw. nach einem Substitutionsmechanismus umsetzen und auf diese Weise eine kovalente Bindung einzugehen in der Lage sind. Diese Farbstoffklasse wird im COLOUR INDEX, 3. Auflage 1971 sowie Ergänzungen 1975 und 1982 als "C.I. Reactive Dyes" bezeichnet und ist hinlänglich bekannt.

Als chromophore Grundkörper dieser wasserlöslichen Farbstoffe mit reaktiven Gruppen eignen sich besonders solche aus der Reihe der Azo-, Anthrachinon-und Phthalocyaninverbindungen, wobei die Azo- und Phthalocyaninfarbstoffe sowohl metallfrei als auch metallhaltig sein können.

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

Insbesondere soll aus der oben dargelegten Zusammenstellung von erfindungsgemäß ausgewählten Reaktivresten die s-Triazinyl-Gruppierung hervorgehoben werden, an die als Substituent ein quaternäres Stickstoffatom in Form eines Cyclammonium-Restes geknüpft ist, der sich z.B. von der Nicotinsäure bzw. einem funktionellen Derivat davon (insbesondere Amid) ableitet, was den nachfolgend abgebildeten strukturellen Verhältnissen



entspricht, worin M = Wasserstoff oder ein Alkalimetall, vorzugsweise Natrium oder Kalium bedeutet. In diesen faserreaktiven Farbstoffen kann neben mindestens einer substituierten s-Triazinyl-Gruppierung vom Formel-Typ (I) bzw. (II) im gleichen Molekül zusätzlich noch mindestens eine weitere Reaktivgruppe von anderer chemischer Struktur, bevorzugt vom Vinylsulfon-Typ, zugegen sein. Farbstoffe enthaltend am reaktiven Triazinyl-Rest gebundene, quaternäre Ammonium-bzw. Pyridinium-Gruppen werden außer in der deutschen Offenlegungsschrift DE-A-33 14 663 noch in den veröffentlichten japanischen Patentanmeldungen JP-A-60/181373, JP-A-60/181374, JP-A-60/181376 und JP-A-60/181377 erläutert.

Sowohl die Dispersions-als auch die Reaktivfarbstoffe können im Rahmen der erfindungsgemäß ausgewählten Farbstoff-Mischungen einzeln oder in Kombination (Polychromie) verwendet werden.

Zweckmäßig können die für das Färben nach der Erfindung in Aussicht genommenen Dispersionsfarbstoffe und Reaktivfarbstoffe auch in Substanz vorgemischt werden und sodann in vorgemischter Form zum Einsatz gelangen. Diese Vormischungen können hierbei als Pulver-oder Flüssigeinstellungen verfügbar sein.

Nun ist es wohl nicht mehr neu, für das Auszieh färben von ohne die Mitwirkung von Carriern bei Kochtemperatur färbbaren PES-Fasern handelsübliche Dispersionsfarbstoffe aus wäßrigem Medium in feindispersierter Form sowie unter den für diese Verbindungsklasse bekannten sauren Applikationsbedingungen heranzuziehen [vgl. "chemiefasern/textil-industrie" 26/78 (1976), Seiten 550-556 und 27/79 (1977), Seiten 336-339 und 452-454 sowie "Melliand Textilberichte" 62 (1981), Seiten 795-800]. Wie Untersuchungen darüber gezeigt haben, ist das färberische Verhalten dieser besonderen Fasertypen vom Einfluß der an der Modifikation der grundlegenden Fasersubstanz teilhabenden speziellen Comonomere abhängig [vgl. auch "Chemiefasern & Textilindustrie 30/82 (1980), Seiten 38-45]. Bezüglich der zu treffenden Farbstoffaus-

wahl spielen Molekülgröße sowie Polarität des verwendeten Farbmittels eine wichtige Rolle. Der Möglichkeit, von der Farbstoffseite her Verbesserungen von Dispergiervermögen bzw. Farbaufbau zu erzielen, sind dabei aus Echtheitsgründen Grenzen gesetzt. Demzufolge blieben die Bemühungen zur Erhöhung bestimmter Gebrauchseigenschaften von mit herkömmlichen Dispersionsfarbstoffen erzeugten Färbungen gewöhnlich auf eine Optimierung des Färbevorgangs hin konzentriert. Aufgrund der im Falle der Anwendung von Kochtemperaturbedingungen sich einstellenden Faserschonung ergibt sich als Einsatzgebiet für carrierfrei färbbare PES-Fasertypen die Verarbeitung mit temperaturempfindlichen Begleitfasern. Auf derartige Fasermischungen wird nach dem einschlägigen Stand der Technik zwar hingewiesen, ohne jedoch auf das Echtfärben der beiden Faserbestandteile in irgendeinem Literaturbeitrag konkret einzugehen.

Mit Rücksicht auf die mehr oder weniger negativen Erfahrungen beim einbadig/einstufigen Auszieh färben von reguläre PES-Fasern aufweisenden Mischungen mit Cellulosefasern unter Einsatz von Kombinationen aus Dispersions- und Reaktivfarbstoffen konnte vom Fachmann keineswegs damit gerechnet werden, daß sich die der Natur dieser beiden unterschiedlichen Farbstofftypen zugrundeliegenden Probleme bezüglich ihres spezifischen färberischen Verhaltens in der gemeinsamen Flotte würden im Falle einer Übertragung dieser bekannten Arbeitsweise auf solche, carrierfrei färbbare PES-Fasern enthaltende Mischungen sowie bei Einbeziehung der erfindungsgemäßen Verfahrensbedingungen in zufriedenstellendem Maße auf zugleich breiter Basis unter einen Hut bringen lassen.

Ein derartiges Ergebnis war nicht vorhersehbar, insofern als viele Dispersionsfarbstoffe beim Färben aus neutraler Flotte unter HT-Bedingungen instabil sind, während sie sich entsprechend dieser Erfindung im Neutralbereich bei Kochtemperatur als völlig stabil erwiesen haben. Das bedeutet wiederum, daß man nach der erfindungsgemäßen Färbemethode bei den dabei einzuhaltenden pH-Werten auch mit solchen Dispersionsfarbstoffen reproduzierbar, sicher und mit voller Farbausbeute färben kann, welche sonst bei der Gelegenheit einer HT-Färbung als pH-empfindlich (d.h. empfindlich bei pH-Werten > 6) gelten.

Insbesondere ist es sehr erstaunlich, daß diese als pH-empfindlich bekannten Dispersionsfarbstoffe sich im Zuge des erfindungsgemäßen Färbens der besagten Fasergemische deutlich weniger pH-empfindlich zeigen, als wenn sie auf übliche Art für die Färbung von unvermischten, carrierfrei färbbaren PES-Fasern (d.h. ohne die gleichzeitige Anwesenheit von Cellulosefasern, von Reaktivfarbstoffen und von Salz) eingesetzt worden wären.

Es ist darüber hinaus außerordentlich überraschend, daß im Zuge der Durchführung der Färbeoperation bei Gesamtfärbezeiten, die wesentlich unter denen mehrstufiger Färbeweisen liegen, mit den unter den Kochtemperaturbedingungen dieser Erfindung eingesetzten Reaktivfarbstoffen wesentlich höhere Farbausbeuten erzielt werden, als wenn man diese Farbstoffe für eine entsprechende HT-Färbung verwendet hätte. Genauso war es auch für Fachleute nicht zu erwarten, daß man mit Hilfe des beanspruchten Verfahrens auf den erfindungsgemäß eingesetzten Fasergemischen insgesamt bessere Echtheiten der so erzeugten Färbungen (Naß-, Reib-, Chemischreinigung-Echtheiten) erlangt, als wenn im Vergleich dazu ein Textilgut mit einem Gehalt an regulären PES-Fasern als Mischungskomponente gefärbt worden wäre. Dieser qualitative Gewinn trifft sowohl für die modifizierte PES-Faser-als auch für die Cellulose-Komponente der Mischung zu.

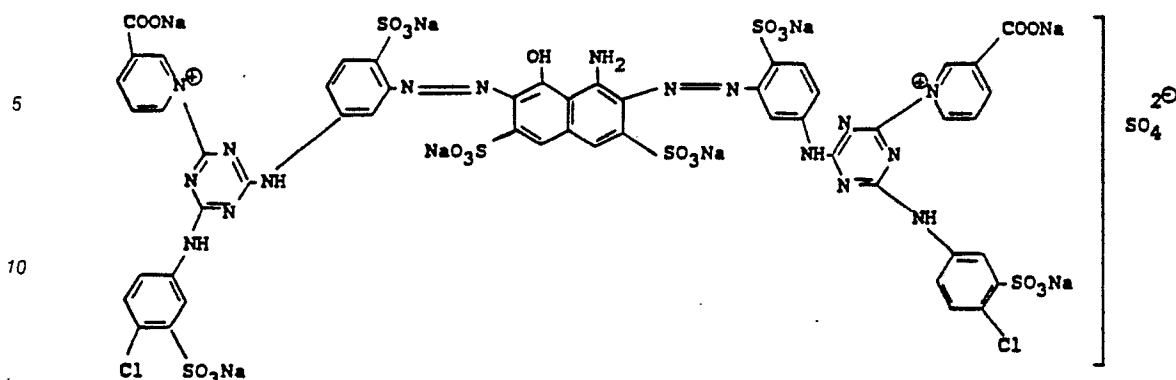
Als Ganzes betrachtet stellt das erfindungsgemäße Verfahren in Bezug auf die sichere, reproduzierbare Erzeugung von Auszieh färbungen auf Mischungen aus modifizierten PES- und Cellulose-Fasern unter geringstmöglichem Zeit- und Verfahrensaufwand sowie unter so minimal wie möglichen Farbstoffkosten einen enormen Fortschritt des Wissens und der Technologie dar.

Die nachfolgend aufgeführten Beispiele dienen zur Erläuterung des Erfindungsgedankens. In den diesbezüglichen Angaben sind unter Teilen und Prozentsen, falls nicht anders vermerkt ist, Gewichtsteile und Gewichtsprozent zu verstehen. Bei den darin genannten Fasertypen, Farbstoffen und Hilfsmitteln handelt es sich um Produkte von handelsüblicher Form und Beschaffenheit. Die zur Identifizierung von verwendeten Dispersionsfarbstoffen benutzten C.I. Generic Names sind dem COLOUR INDEX, 3. Auflage 1971 sowie Ergänzungen 1975 und 1982 entnommen.

50

Beispiel 1

In einem Färbeapparat von Labormaßstab werden 10 g eines Garnes, bestehend aus einer innigen Mischung von 5 g einer carrierfrei färbbaren PES-Faser vom Typ eines mit Polypropylenglykol modifizierten Polyethylenterephthalats (PETP) und 5 g Baumwolle, bei 40 °C in 200 ml eines wäßrigen Färbebades eingebracht, welches 50 mg des Farbstoffes C.I. Disperse Blue 33 und 60 mg einer handelsüblichen Einstellung des blauen Reaktivfarbstoffes folgender Formel



- sowie 10 g Glaubersalz, 0,2 g eines Dispergiermittels vom Ligninsulfonat-Typ und 1 g kristallisiertes Di-Na-Phosphat enthält und dessen pH-Wert mittels Essigsäure auf 7,5 eingestellt wurde. Diese Ausziehflotte wird nun unter guter Bewegung des Garnes innerhalb von 20 min auf 98-100 °C erhitzt und das Textilgut wird dann für die Dauer von 45 min unter der Einwirkung des Färbeansatzes bei der so einregulierten Behandlungstemperatur belassen. Anschließend läßt man das ausgezogene Bad samt der Ware auf 70-80 °C abkühlen, das gefärbte Garn wird daraufhin mit Wasser gespült, zweimal jeweils für 10 min im wäßrigen Medium bei Kochtemperatur geseift und schließlich nochmals mit Wasser gespült. Man erzielt auf dem Mischgarn eine satte Blaufärbung mit guter Ton-in-Ton-Qualität und mit sehr guten Echtheitseigenschaften.

Beispiel 2

Arbeitet man zur Durchführung der Färboperation wie im Beispiel 1 beschrieben, aber unter Verwendung eines Gewebes, welches aus 1 g der dort genannten modifizierten PETP-Faser (als Mischungskomponente in der Kette verarbeitet) und 9 g Baumwolle (als Mischungskomponente in der Kette verarbeitet und unvermischt im Schuß) besteht, und setzt in der Färbeflotte bei sonst gleichen Behandlungsbedingungen hierzu jedoch 15 mg des in Beispiel 1 angegebenen blauen Dispersionsfarbstoffes sowie 135 mg des daselbst formelmäßig bezeichneten blauen Reaktivfarbstoffes ein, dann wird auf dem Mischgewebe ebenfalls eine blaue Ton-in-Ton-Färbung mit sehr guten Echtheiten erzeugt.

Beispiel 3

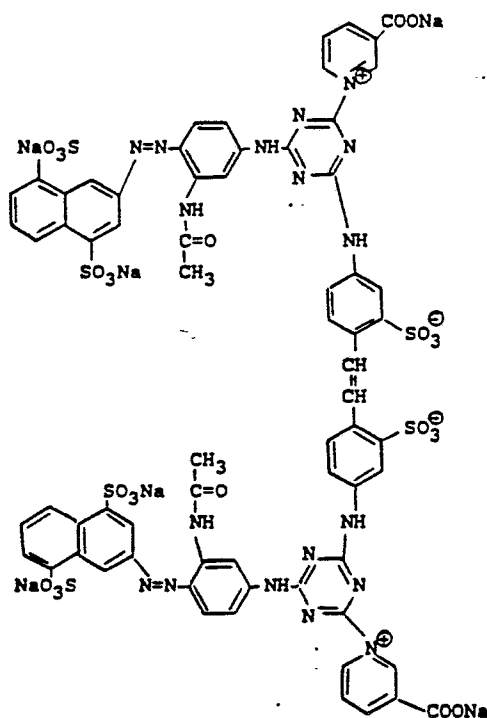
Arbeitet man zur Durchführung der Färboperation wie im Beispiel 1 beschrieben, aber unter Verwendung von 10 g eines gezwirnten Garnes, welches aus einer Mischung von 3 g Viskose und 7 g einer mit Polyethylenglykol in Form eines Blockcopolymerisates modifizierten Polyethylenterephthalat-Faser besteht, und setzt im Bad bei sonst gleichen Behandlungsbedingungen wie im Beispiel 1 anstelle der dort angegebenen Farbmittel hier 100 mg des Farbstoffes C.I. Disperse Yellow 114 sowie 500 mg einer handelsüblichen Einstellung des gelben Reaktivfarbstoffes folgender Formel

5

10

15

20



25

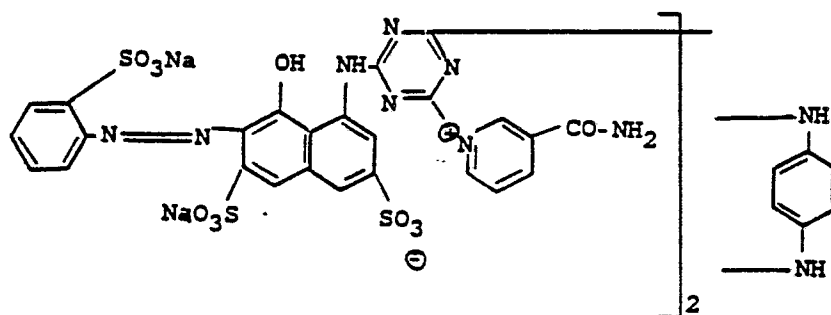
ein, dann wird nach üblicher Fertigstellung eine satte Gelbfärbung des Garnes mit guten Echtheitseigenschaften erhalten.

Beispiel 4

30

Ein Laborgerät zum Färben von Fasermaterial im Packsystem, das mit einer innigen Mischung aus 10 g Baumwollflocke und 10 g einer Polybutylenterephthalat-(PBTP)-Faser beladen ist, wird bei 20 °C mit 200 ml eines wäßrigen Färbekochs beschickt, welches 40 mg einer handelsüblichen Einstellung des roten Reaktivfarbstoffes folgender Formel

35



40

45

sowie 40 mg des Farbstoffs C.I. Disperse Red 54, dazu 2 g Kochsalz, 0,8 g Di-Na-Phosphat und 0,2 g Mono-Na-Phosphat enthält und dessen pH-Wert 7,4 beträgt. Nun wird diese Ausziehflotte unter Zirkulation innerhalb von 20 min auf 95 °C erhitzt und das Textilgut wird dann für 40 min dem Einfluß des Färbeansatzes bei der so eingestellten Behandlungstemperatur ausgesetzt. Anschließend wird die gefärbte Ware entsprechend der diesbezüglichen Vorschrift von Beispiel 1 nachbehandelt. Man erhält eine Ton-in-Ton rosa gefärbte Mischmaterial-Flocke.

55

Beispiel 5a

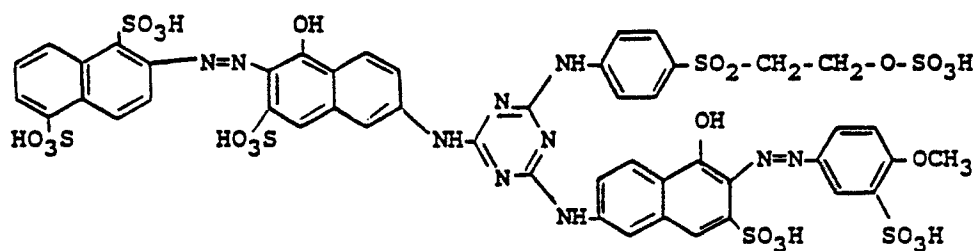
Unter den in Beispiel 4 beschriebenen Bedingungen werden 10 g eines Gewirkes gefärbt, welches streifenartig verarbeitet ist und zu 95 % aus Garn einer mit Butylenglykol modifizierten Polyethylterephthalat-Faser sowie zu 5 % aus mercerisierter Baumwolle besteht. Man erhält auf diese Weise ein rosa/rot dessiniertes Gewirke mit guten Echtheitseigenschaften.

Beispiel 5b

Verwendet man bei der Durchführung der Färbung wie in Beispiel 5a jedoch ein Gewirke, welches ein umgekehrtes Faser-Mischungsverhältnis aufweist, dann wird als Ergebnis ebenfalls ein rosa/rot dessiniertes Gewirke mit guten Echtheitseigenschaften erhalten.

Beispiel 6

10 g eines Garnes, das aus einer innigen Mischung von 6,7 g einer flammhemmend ausgerüsteten, durch phosphor-organische Komponenten modifizierten PES-Faser, 2 g einer Viskosefaser und 1,3 g Baumwolle besteht, werden in einem für HT-Färbungen geeigneten Autoklaven bei 60 °C in 200 ml eines wäßrigen Färbekochbades gegeben, welches 70 mg des Farbstoffes C.I. Disperse Orange 25 (C.I.-Nr. 11227) und 45 mg einer handelsüblichen Einstellung des orangeroten Reaktivfarbstoffes folgender Formel



sowie 4 g wasserfreies Di-Na-Sulfat, 0,2 g eines Dispergiermittels aus der Reihe der Kresol-Formaldehyd-Kondensationsprodukte und 1 g Di-K-Phosphat enthält und dessen pH-Wert mittels Essigsäure auf 6 eingestellt wurde. Diese Ausziehflotte wird nun unter guter Bewegung des Garnes innerhalb von 20 min bei geschlossenem Färbegefäß auf 103-105 °C erhitzt und das Textilgut wird dann für 30 min unter der Einwirkung des Färbeansatzes bei der eingestellten Behandlungstemperatur belassen. Anschließend läßt man das ausgezogene Bad samt der Ware auf ca. 70 °C abkühlen, das gefärbte Garn wird daraufhin mit Wasser gespült, zweimal jeweils im wäßrigen Medium bei Kochtemperatur unter Zusatz von 1 g/l eines Nonylphenoloxethylats geseift und schließlich nochmals warm und anschließend kalt mit Wasser gespült. Man erzielt auf diese Weise eine Orangefärbung in Form eines Melange-Effektes entsprechend der besonderen Zusammensetzung des Mischgarnes, die sich durch sehr gute Echtheitseigenschaften auszeichnet.

Beispiel 7

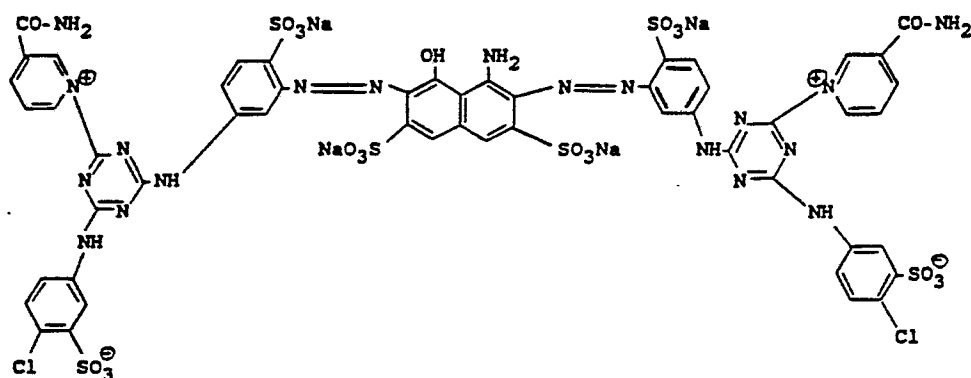
Verwendet man beim Färbeverfahren entsprechend den in Beispiel 6 genannten Bedingungen in diesem Fall als Textilgut 10 g eines Garnes, bestehend aus einer Mischung von 2 g einer mit Adipinsäure modifizierten Polyethylterephthalat-Faser, 3 g einer durch Einkondensieren eines Blockcopolymeren aus Polyethylenglykol und Terephthalsäure modifizierten Polycyclohexandiol-adipat-Faser und 5 g laugierter Baumwolle, so wird ebenfalls ein orange gefärbtes Garn erhalten, wobei diese Colorierung als Folge der Fasermischung einen Melange-Effekt zeigt.

Beispiel 8

Es wird unter den in Beispiel 1 genannten Bedingungen eine Fasermischung, im vorliegenden Fall jedoch bestehend aus 50 % einer mit Polyethylenglykol in Form eines Blockcopolymerisats modifizierten PETP-Faser und 50 % Leinen, gefärbt und man gestaltet die Nachbehandlung dieser Färbung folgendermaßen: Färbebad ablassen und die gefärbte Ware danach 1 min Spülen mit kaltem Wasser, 1 min Dämpfen bei 102-105 °C, 1 min Spülen mit kaltem Wasser, 1 min Dämpfen bei 102-105 °C, 1 min Spülen mit kaltem Wasser, 1 min Dämpfen bei 102-105 °C sowie abschließend 1 min Spülen mit kaltem Wasser. Auf diese Weise erhält man ein blau gefärbtes Garn mit ausgezeichneten Naßechtheitseigenschaften.

Beispiel 9

Eine mit 4000 l Wasser von 60 °C gefüllte Haspelkufe wird mit 100 kg einer rohen Webware, bestehend aus Baumwolle im Schuß und carrierfrei färbbarer PES-Faser in der Kette, beladen und es werden bei laufender Ware dieser Flotte daraufhin innerhalb eines kurzen Zeitintervalles 400 kg Kochsalz, 2 kg eines Netzmittels, 4 kg eines Lauffalteninhibitors (Gleitmittels), 4 kg eines Dispergiermittels, 8 kg kristallisiertes Na-Acetat, 2 kg des Farbstoffes C.I. Disperse Blue 333 und 4 kg einer handelsüblichen Einstellung des blauen Reaktivfarbstoffes folgender Formel



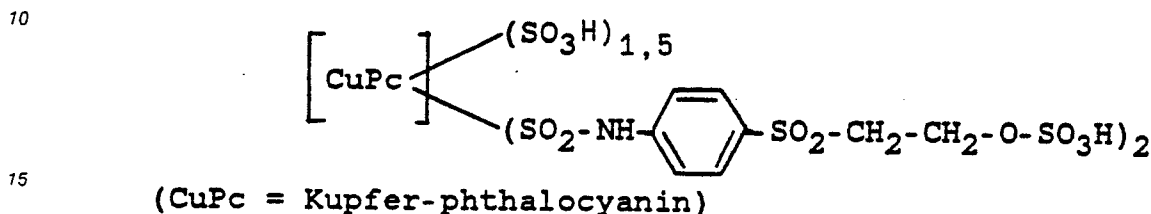
zugegeben. Man stellt den pH-Wert des Behandlungsbades nunmehr mittels Essigsäure auf 8 ein und erhitzt dasselbe innerhalb von 45 min auf Kochtemperatur. Mit dieser Flotte wird die Ware 90 min bei Kochtemperatur gefärbt, worauf man dem behandelten Textilgut ein Muster entnimmt, welches mit Wasser gespült, wie üblich geseift und abermals Wasser gespült wird. Je nach Qualität der eingesetzten Baumwolle kommt die hierauf erzeugte Färbung - im Vergleich zu derjenigen auf der modifizierten PES-Faser - sodann mit zu geringer oder zu hoher Farbtiefe heraus:

a) -Nachnuancieren unter Zusatz von Reaktivfarbstoff-Im Falle des Vorliegens von zu geringer Farbtiefe auf der Baumwolle setzt man der Ausziehflotte bei abgestellter Heizung weitere 0,5 kg des obengenannten Reaktivfarbstoffes, gelöst in etwas Wasser, innerhalb von 15 min hinzu. Unter Erhitzen wird das Bad dann im Verlauf von erneut 15 min wieder zum Kochen gebracht und damit wird die Ware nochmals 30 min weitergefärbt. Im Anschluß an die entsprechend der Vorschrift in Beispiel 1 vorgenommene Fertigstellung erhält man eine Ton-in-Ton blau gefärbte Ware mit guten Echtheiten und einwandfreier Egalität.

b) -Nachnuancieren unter Zusatz von Dispersionsfarbstoff-Im Falle des Vorliegens von zu hoher Farbtiefe auf der Baumwolle setzt man der Ausziehflotte 0,5 kg des obengenannten Dispersionsfarbstoffes, dispergiert in etwas Wasser, hinzu. Man erhält nach gleichartiger Weiterbehandlung wie unter a) beschrieben eine Ton-in-Ton blau gefärbte Ware mit guter Egalität.

Beispiel 10

100 g eines Garnes, bestehend aus 65 % einer carrierfrei färbbaren, durch saure Comonomere modifizierten PES-Faser und 35 % Baumwolle, werden in 2 l eines wäßrigen Färbekochbades von 60 °C
 5 eingebracht, welches 160 g Glaubersalz und 10 g Borax enthält. Man stellt den pH-Wert dieser Behandlungsflüssigkeit mittels etwas Soda auf 8,5 ein und gibt dann der Flotte noch 3 g einer Farbstoffmischung, bestehend aus 1 g des Farbstoffes C.I. Disperse Blue 60, 0,01 g des Farbstoffes C.I. Disperse Yellow 122 sowie 2 g eines handelsüblich eingestellten, türkisblauen Reaktivfarbstoffes folgender Formel



nach Aufschlämmen mittels 50 ml Wasser hinzu. Diese Ausziehflotte wird jetzt auf 98-100 °C erhitzt und die Ware wird damit 60 min gefärbt. Hernach wird das so behandelte Textilgut zuerst mittels Wasser
 20 gespült, im wäßrigen Medium kochend gewaschen, erneut mittels Wasser gespült und schließlich in frischem, wäßrigen Bad bei 40 °C während 15 min der Einwirkung von 2 g eines kationischen Nachbehandlungsmittels ausgesetzt. Nach nochmaligem Spülen der Ware mit Wasser erhält man ein türkisfarbiges Garn mit außerordentlich guten Naß-, Reib- und Chemischreinigungs-Echtheiten.

25

Beispiel 11

Man stellt sich zum Färben durch Ausziehen eine Flüssigeinstellung, bestehend aus 50 Teilen des im
 30 Beispiel 1 formelmäßig bezeichneten blauen Reaktivfarbstoffes, 20 Teilen des im Beispiel 1 angegebenen blauen Dispersionsfarbstoffes und 130 Teilen Wasser, her und reguliert diese auf einen pH-Wert von 6 ein. Wendet man nun 5 g dieser Farbstoff-Mischung entsprechend der Vorschrift von Beispiel 10 auf ein Mischgarn der dort genannten Zusammensetzung an, so wird darauf nach Fertigstellung eine tiefe marineblaue Färbung mit ausgezeichneten Echtheiten erzielt.

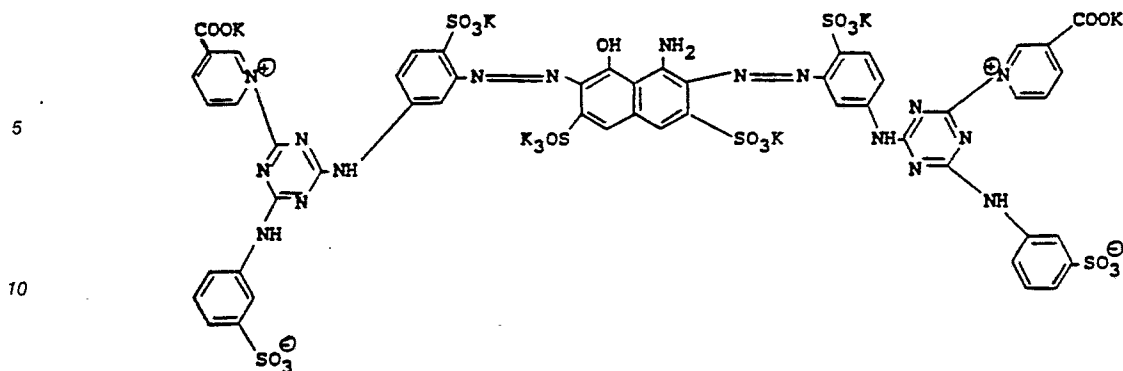
35

Beispiel 12

Die angesichts der eingesetzten Dispersionsfarbstoffe im Falle der Durchführung des beanspruchten Verfahrens erreichbaren Vorteile, verglichen mit dem Ergebnis nach der üblichen Färbetechnik, lassen sich
 40 durch die folgenden Versuche veranschaulichen:

a) -Arbeitsweise gemäß Stand der Technik-Eine innige Mischung aus 50 g einer regulären, nicht modifizierten PES-Faser und 50 g Baumwolle wird in 1 l einer wäßrigen Färbeflotte eingebracht, welche 1 g eines
 45 Dispergiermittels und 2 g kristallisiertes Di-Na-Phosphat enthält, deren pH-Wert mittels verdünnter Schwefelsäure auf 7,5 eingestellt worden ist, und welcher man noch 1 g des Farbstoffes C.I. Disperse Blue 333 zugesetzt hat. Man erhitzt dieses Bad nun innerhalb von 30 min bei geschlossenem Färbegefäß auf 130 °C und beläßt das Textilgut sodann für 60 min unter der Einwirkung des Färbeansatzes bei HT-Bedingungen. Nach dem Abkühlen von ausgezogenem Bad samt Ware sowie anschließendem üblichen Spülen, kochen-
 50 den Seifen, erneuten Spülen und Trocknen der so erzeugten Färbung wird der Baumwollanteil des so gefärbten Artikels durch Behandeln mittels 85 %iger Phosphorsäure während 10 min bei 80 °C herausgelöst. Als Färberesultat verbleibt nach dem Spülen ein blau coloriertes PES-Fasermaterial.

b) -Arbeitsweise gemäß Erfindung-Eine innige Mischung aus 50 g einer carrierfrei färbbaren, modifizierten
 55 PES-Faser und 50 g Baumwolle wird in ein wäßriges Färbekochbad eingebracht, welches neben den unter a) aufgeführten Bestandteilen als weitere Zutaten zusätzlich noch 50 g Glaubersalz und 2 g einer handelsüblichen Einstellung des blauen Reaktivfarbstoffes folgender Formel



enthält. Man erhitzt diese Flotte nun innerhalb von 30 min auf 98-100 °C und beläßt das Textilgut sodann für 60 min unter dem Einfluß der Färbezubereitung bei Kochtemperaturbedingungen. Nach Behandlung der hier erstellten Färbung als dann weiter wie unter Versuch a) beschrieben erhält man als Färberesultat ein blau nüanciertes PES-Fasermaterial, welches eine um 120 % höhere Farbtiefe (ermittelt durch Remissionsmessung) als die Färbung unter Beispiel 12a aufweist.

Aus dem obigen Befund ist ersichtlich, daß sich der dem Test unterworfenen Farbstoff C.I. Disperse Blue 333 unter den erfindungsgemäßen Bedingungen überraschenderweise viel stabiler erweist als dies nach dem bisher praktizierten Ausziehprozeß laut Vorschrift a) zutrifft.

Beispiel 13

Zur Beurteilung der Überlegenheit des beanspruchten Verfahrens gegenüber der herkömmlichen Methode in Bezug auf die eingesetzten Reaktivfarbstoffe geben die nachstehenden Demonstrationen Aufschluß:

a) -Arbeitsweise gemäß Stand der Technik-50 g einer regulären, nicht modifizierten PES-Faser und 50 g Baumwolle (beide Fasertypen als Garn in Form eines Gemisches) werden in 1 l einer wäßrigen Färbeflotte eingetragen, welche 1 g eines Dispergiermittels, 2 g kristallisiertes Di-Na-Phosphat, 50 g Glaubersalz sowie 2 g einer handelsüblichen Einstellung des blauen Reaktivfarbstoffes entsprechend der im Beispiel 1 formelmäßig angegebenen Struktur enthält und deren pH-Wert mittels verdünnter Schwefelsäure auf 7,5 eingestellt worden ist. Man erhitzt dieses Bad nun innerhalb von 30 min auf 130 °C und beläßt das Textilgut sodann für 60 min unter der Einwirkung des Färbeansatzes bei HT-Bedingungen. Danach werden die ausgezogene Flotte und die Ware abgekühlt; die erstellte Färbung wird wie üblich gespült, kochend geseift, erneut gespült sowie getrocknet. Als Färberesultat erhält man auf dem Mischgarn einen blau colorierten Baumwoll-Anteil.

b) -Arbeitsweise gemäß Erfindung-Zur Durchführung der Färbung wird anstelle der unter a) verwendeten regulären PES-Faser im vorliegenden Fall Garn aus einer carrierfrei färbbaren, modifizierten PES-Faser benutzt; die Färbebad-Zusammensetzung bleibt dieselbe wie diejenige, welche unter Versuch a) beschrieben ist. Man erhitzt diese Flotte innerhalb von 30 min auf 98-100 °C und beläßt das Textilgut sodann für 60 min unter dem Einfluß der Färbezubereitung bei den eingestellten Kochtemperaturbedingungen. Danach werden das erschöpfte Bad einschließlich der darin enthaltenen Ware abgekühlt; der so gefärbte Artikel wird wie üblich gespült, kochend geseift und nochmals gespült. Nach dem Trocknen erhält man auf dem Textilgut als Färberesultat einen blau nüancierten Baumwoll-Anteil, welcher eine um 35 % höhere Farbtiefe (ermittelt durch Remissionsmessung) als die Färbung unter Beispiel 13a aufweist.

Hieraus ist der Schluß zu ziehen, daß anhand des für den Vergleich eingesetzten Reaktivfarbstoffes entsprechend der Formel in Beispiel 1 unter den erfindungsgemäßen Bedingungen überraschenderweise viel tiefere Färbungen realisierbar sind als dies der bisher praktizierte Ausziehprozeß laut Vorschrift a) erlaubt.

c) -Untersuchungen zur Echtheit der erzeugten Färbungen-Mit Warenproben, welche den blau colorierten Baumwoll-Anteil von nach Variante 13a) bzw. 13b) erzeugten Garnfärbungen verkörpern, wurden jeweils Echtheitsprüfungen durchgeführt und in Übereinstimmung mit den dafür maßgebenden DIN-Normen dabei die folgenden Werte ermittelt:

5

	Muster	13a)			13b)		
		F	Co	Wo	F	Co	Wo
Wasserechtheit schwer	(DIN 54006)	4-5	2	3	5	3-4	4
Waschechtheit 50 °C	(DIN 54013)	5	3	3	5	3-4	4
Schweißechtheit sauer	(DIN 54020)	5	3	3	5	3-4	3-4
Schweißechtheit alkal.	(DIN 54020)	5	2-3	3	5	3-4	3-4

15

Im Zuge dieser Bewertungsskala bedeuten höhere Echtheitsnoten bessere Ergebnisse im Test. (F = Farbtonänderung, Co = Baumwollanschmutzung, Wo = Wollanschmutzung).

Aufgrund der zahlenmäßigen Resultate aus den Echtheitsprüfungen kann abgeleitet werden, daß die erfindungsgemäß hergestellte Färbung eindeutig echter ausgefallen ist als diejenige, erhalten auf bekannte Machart.

Beispiel 14

25

Arbeitete man beim Aufbau von Färbungen mit dem Dispersionsfarbstoff analog den im Beispiel 12a) bzw. 12b) genannten Bedingungen, hier jedoch beidemale unter Erhöhung bzw. Erniedrigung des pH-Wertes um jeweils 0,5 Einheiten, so konnten im Einklang mit der Güte der einzelnen Proben daraufhin durch Remissionsmessung jeweils folgende Werte der Farbtiefe (die Farbtiefe der pH 7,5-Färbung ist jeweils gleich 100 gesetzt) auf dem in dieser Weise blau gefärbtem PES-Fasermaterial festgestellt werden:

30

	Muster	12a)	12b)
35	pH 7,0	132	100
	7,5	100	100
	8,0	64	98

35

40

Diese Zahlenwerte bedeuten, daß die erfindungsgemäße Färbeweise b) im Falle der Applikation von Dispersionsfarbstoffen zu stabilen Farbausbeuten, die bisher praktizierte Färbeweise a) aber schon bei geringfügiger pH-Abweichung zu völlig veränderter Farbtiefe und damit zu hoher Unsicherheit bezüglich der Reproduzierbarkeit des coloristischen Ergebnisses unter praxisnahen Bedingungen führt.

45

Beispiel 15

Arbeitete man beim Aufbau von Färbungen mit dem Reaktivfarbstoff analog den im Beispiel 13a) bzw. 13b) genannten Bedingungen, hier jedoch beidemale unter Erhöhung bzw. Erniedrigung des pH-Wertes um jeweils 0,5 Einheiten, so konnten im Einklang mit der Güte der einzelnen Proben daraufhin durch Remissionsmessung jeweils folgende Werte der Farbtiefe (die Farbtiefe der pH 7,5-Färbung ist jeweils gleich 100 gesetzt) auf dem in dieser Weise blau gefärbten Baumwoll-Material festgestellt werden:

55

<u>Muster</u>	<u>13a)</u>	<u>13b)</u>
pH 7,0	72	98
7,5	100	100
8,0	120	100

Diese Zahlenwerte bedeuten, daß die erfindungsgemäße Färbeweise b) im Falle der Applikation von Reaktivfarbstoffen zu stabilen Farbausbeuten, die bisher praktizierte Färbeweise a) aber schon bei geringfügiger pH-Abweichung zu völlig veränderter Farbtiefe und damit zu hoher Unsicherheit bezüglich der Reproduzierbarkeit des coloristischen Ergebnisses unter praxisnahen Bedingungen führt.

Beispiele 16 bis 70

Arbeitet man bei der Durchführung der Färbeoperation entsprechend den im Beispiel 1 genannten Bedingungen, aber hier jeweils unter Verwendung eines oder mehrerer der in den folgenden Tabellenbeispielen konkret aufgeführten Dispersionsfarbstoffe, so erhält man Uni-oder Bicolor-Färbungen mit ausgezeichneten Farbtiefen-und Echtheitsresultaten sowie hoher Stabilität der Farbtiefe im Falle von geringfügig abweichenden pH-Werten:

<u>Beispiel Nr.</u>	<u>C.I.-Gattungsname</u>	<u>Färberesultat</u>
16	Disperse Yellow 7 (26090)	Bicolor
17	Disperse Yellow 42 (10338)	"
18	Disperse Yellow 56	"
19	Disperse Yellow 58 (56245)	"
20	Disperse Yellow 60 (12712)	"
21	Disperse Yellow 64 (47023)	"
22	Disperse Yellow 70 (11900)	"

	Beispiel Nr.	C.I.-Gattungsname	Färberesultat
5	23	Disperse Yellow 100	Bicolor
	24	Disperse Yellow 122	"
	25	Disperse Yellow 146	"
10	26	Disperse Yellow 163	"
	27	Disperse Yellow 201	"
	28	Disperse Yellow 204	"
	29	Disperse Yellow 218	"
15	30	Disperse Orange 1 (11080)	"
	31	Disperse Orange 13 (26080)	"
	32	Disperse Orange 25 (11227)	"
20	33	Disperse Orange 29 (26077)	"
	34	Disperse Orange 30 (11119)	"
	35	Disperse Orange 32	"
25	36	Disperse Orange 53	"
	37	Disperse Orange 54	"
	38	Disperse Orange 61	"
	39	Disperse Orange 130	"
30	40	Disperse Red 43	"
	41	Disperse Red 54:1	"
	42	Disperse Red 60 (60756)	"
35	43	Disperse Red 73 (11116)	"
	44	Disperse Red 86 (62175)	"
	45	Disperse Red 88	"
40	46	Disperse Red 91	"
	47	Disperse Red 122	"
	48	Disperse Red 135	"
	49	Disperse Red 150	"
45	50	Disperse Red 153	"
	51	Disperse Red 167	"
	52	Disperse Red 182	"
50	53	Disperse Red 183	"
	54	Disperse Red 200	"
	55	Disperse Red 323	"
55	56	Disperse Red 324	"
	57	Disperse Red 338	"

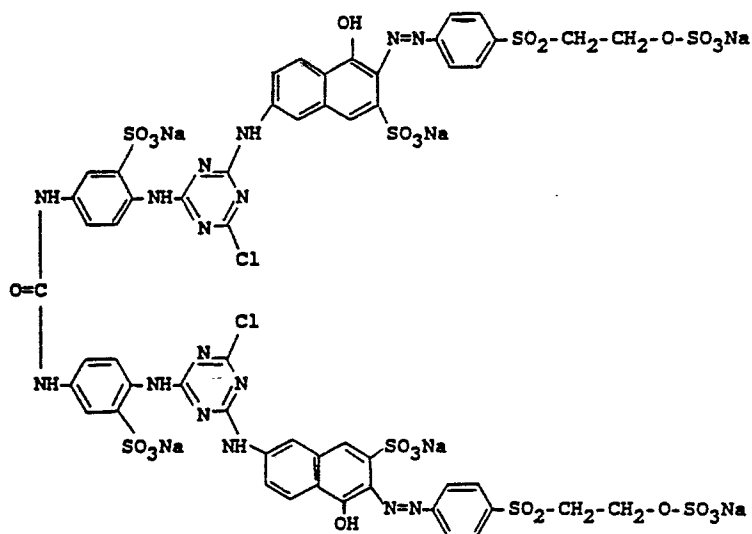
Beispiel Nr.	C.I.-Gattungsname	Färberesultat
58	Disperse Red 343	Bicolor
59	Disperse Red 358	"
60	Disperse Violet 26 (62025)	"
61	Disperse Violet 27 (60724)	"
62	Disperse Violet 63	"
63	Disperse Blue 55	Unicolor
64	Disperse Blue 56 (63285)	schwach Bicolor
65	Disperse Blue 73 (63265)	"
66	Disperse Blue 81	"
67	Disperse Blue 87	Bicolor
68	Disperse Blue 183 (11078)	Unicolor
69	Disperse Blue 333	"
70	Disperse Blue 345	Bicolor

Beispiele 71 bis 103

Arbeitet man bei der Durchführung der Färbeoperation entsprechend den im Beispiel 1 genannten Bedingungen, aber hier jeweils unter Verwendung eines oder mehrerer der in den folgenden Tabellenbeispielen konkret aufgeführten Reaktivfarbstoffe, so erhält man Uni-oder Bicolor-Färbungen mit ausgezeichneten Farbtiefen- und Echtheitsresultaten sowie hoher Stabilität der Farbtiefe im Falle von geringfügig abweichenden pH-Werten:

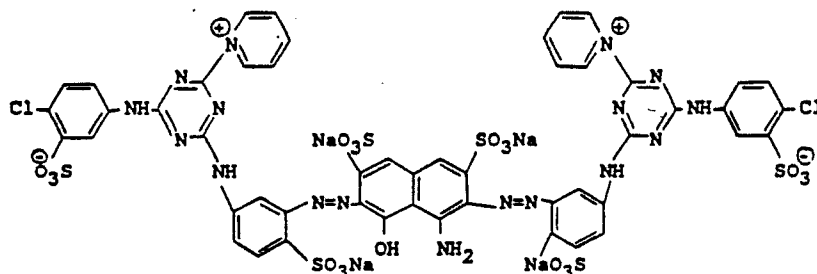
Beispiel Nr.	Reaktivfarbstoff gemäß Formel
(Nuance)	

71 (orange)

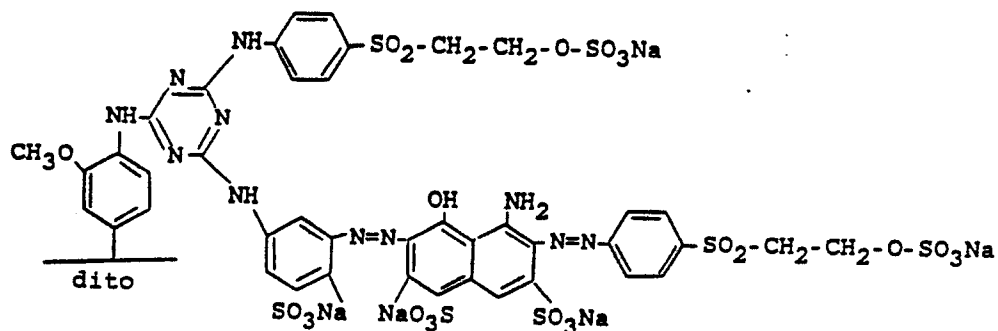


Beispiel Nr. Reaktivfarbstoff gemäß Formel
(Nuance)

72 (marine)

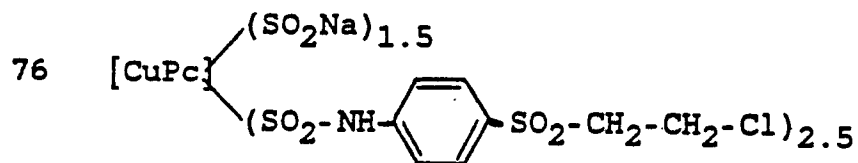
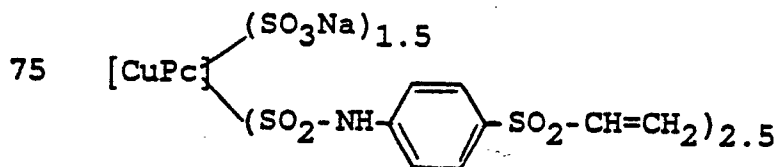
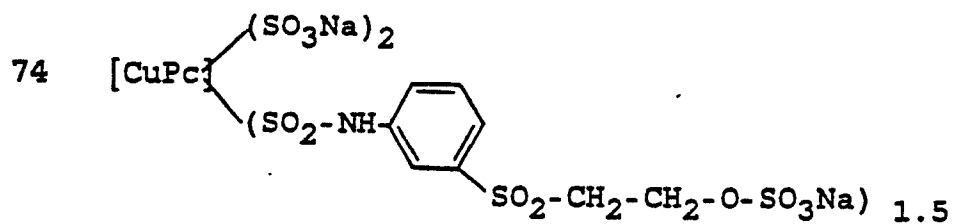


73 (marine)



74-103 (türkisblau)

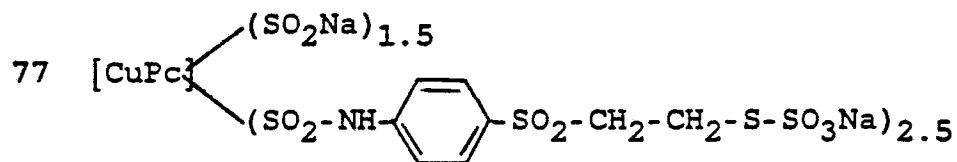
(CuPc = Kupferphthalocyanin)



5

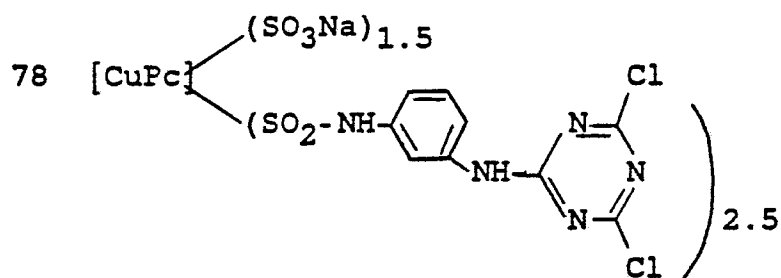
Beispiel Nr. Reaktivfarbstoff gemäß Formel
(Nuance)

10



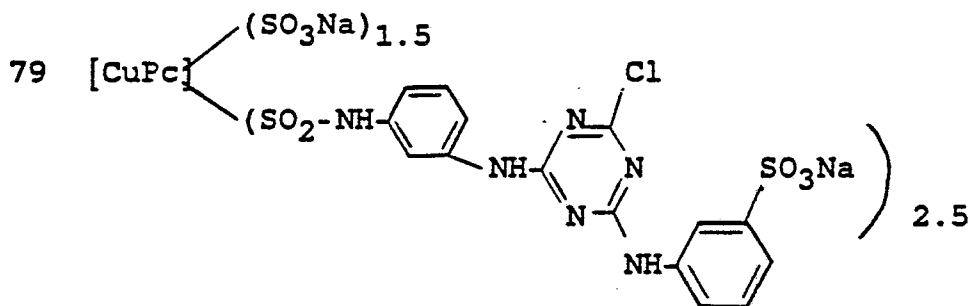
15

20



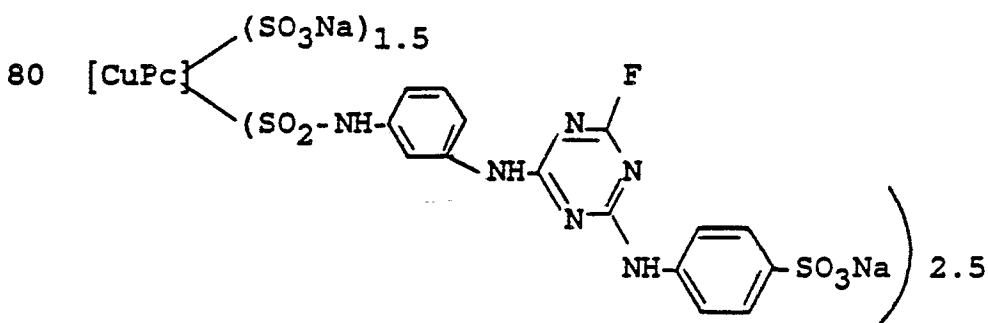
25

30



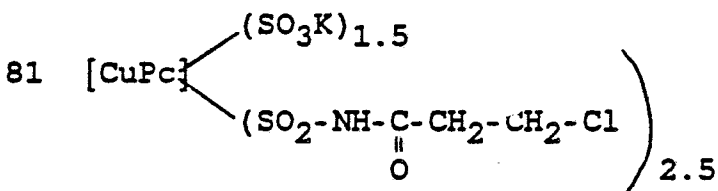
35

40



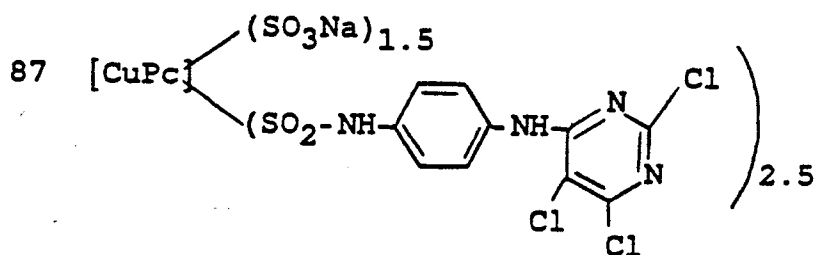
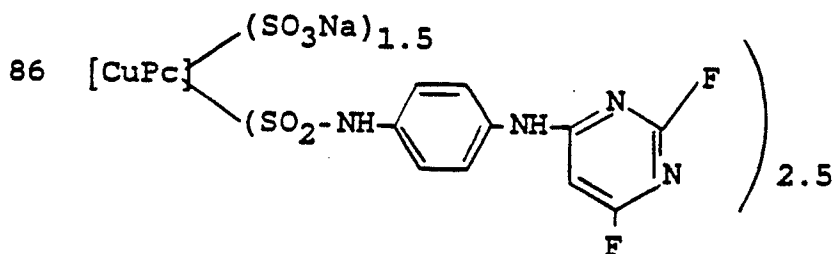
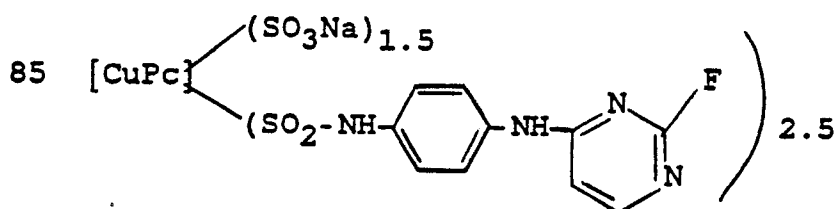
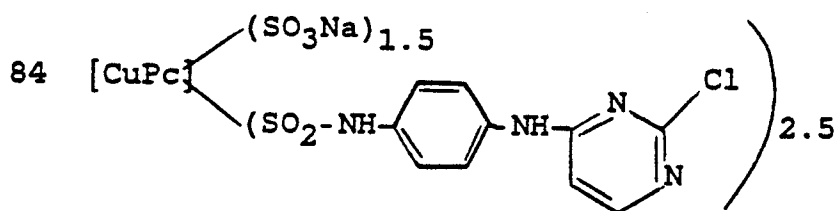
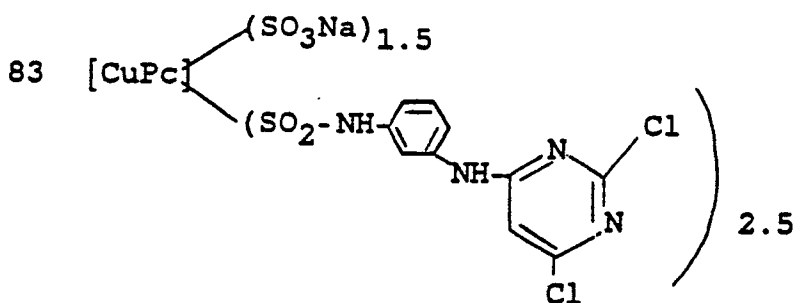
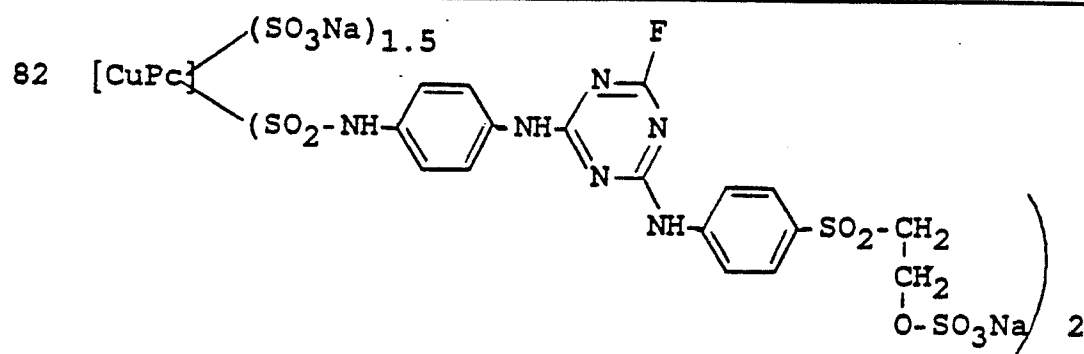
45

50



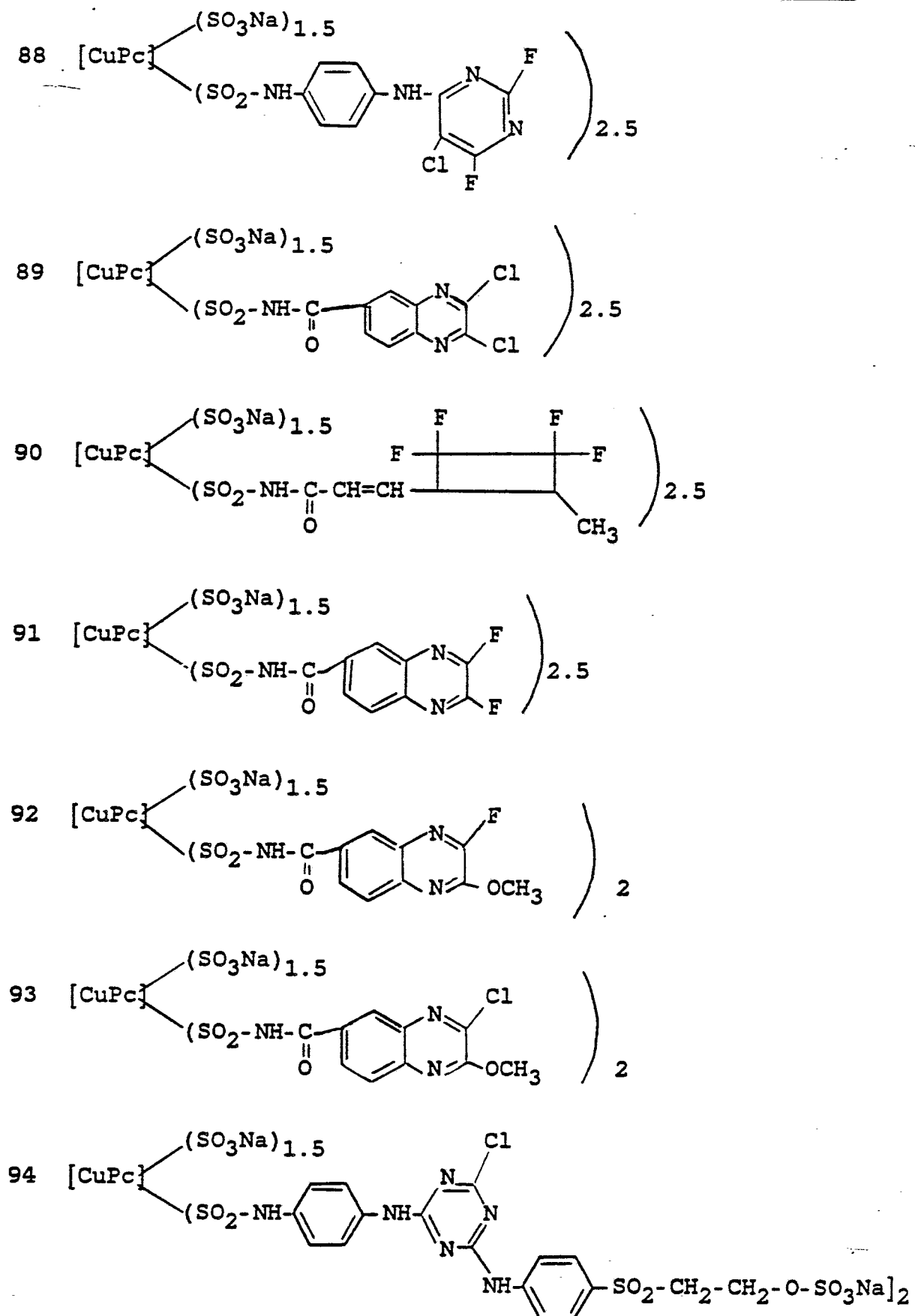
55

Beispiel Nr. Reaktivfarbstoff gemäß Formel
(Nuance)



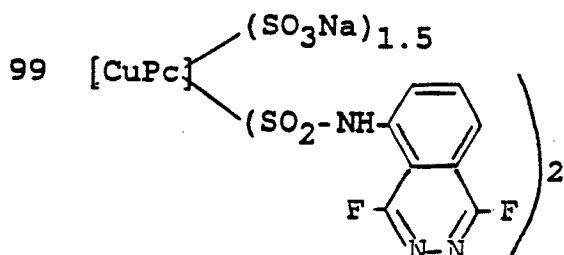
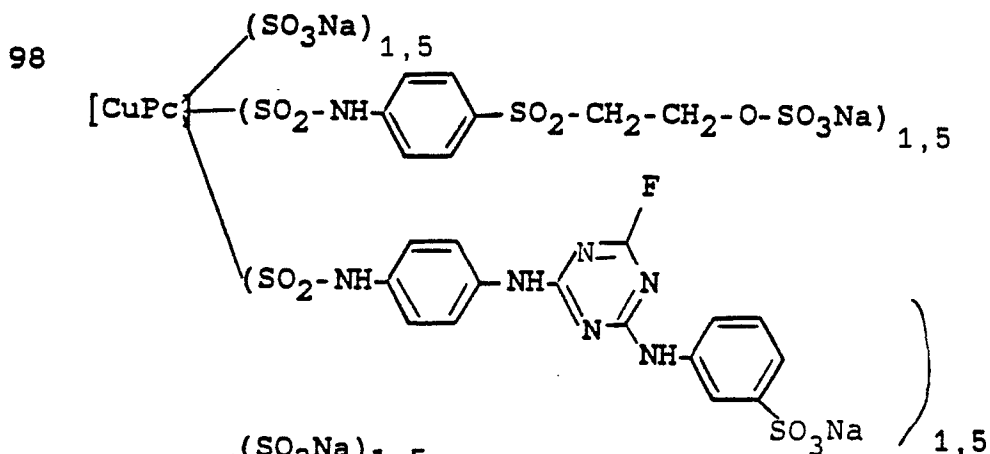
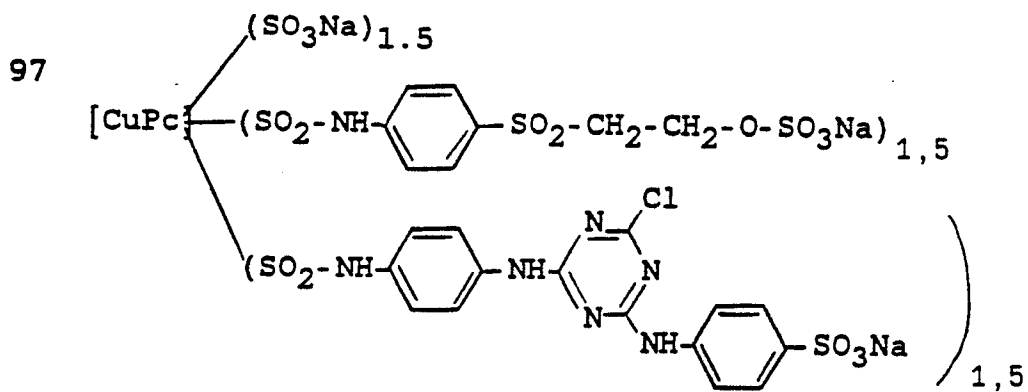
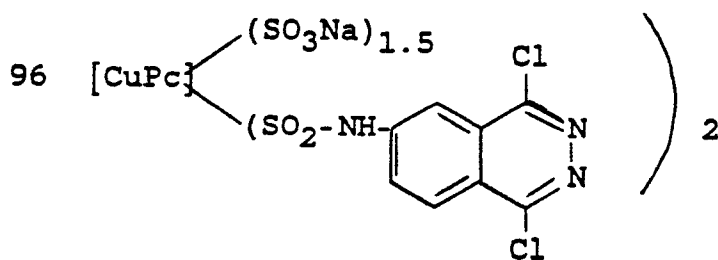
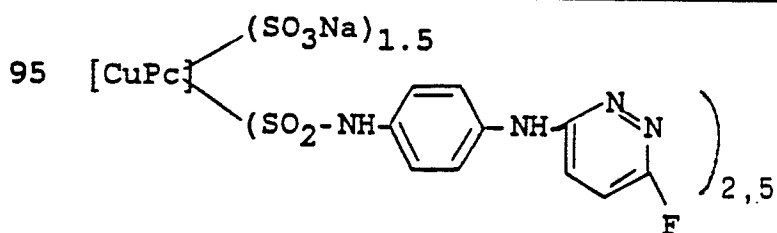
Beispiel Nr.
(Nuance)

Reaktivfarbstoff gemäß Formel

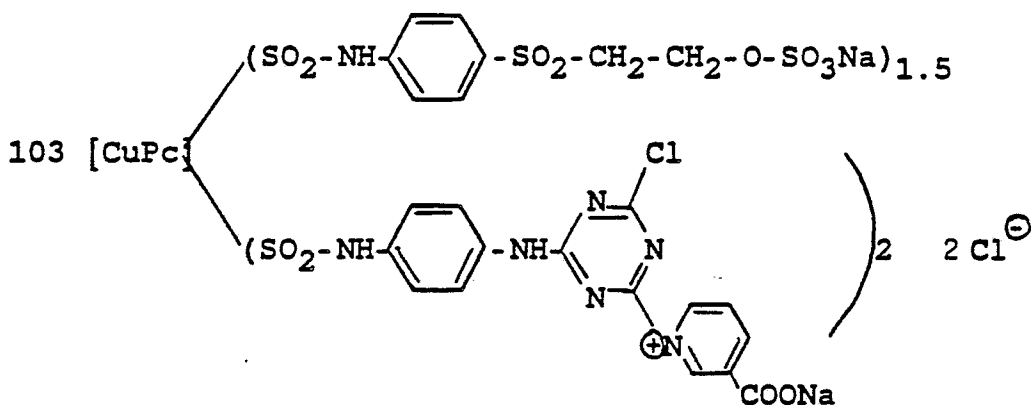
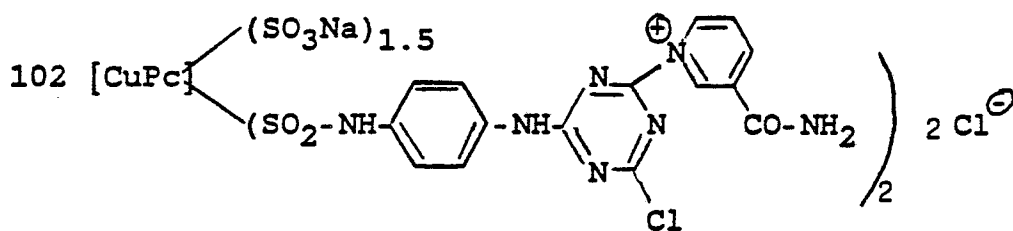
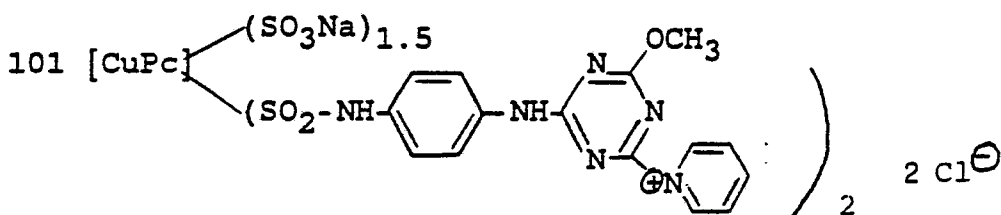
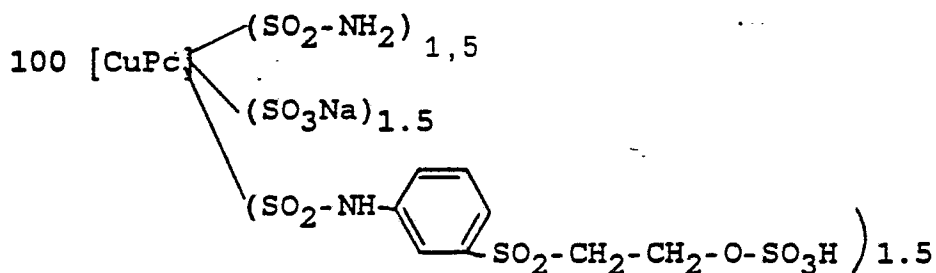


Beispiel Nr.
(Nuance)

Reaktivfarbstoff gemäß Formel



Beispiel Nr. Reaktivfarbstoff gemäß Formel
(Nuance)



Ansprüche

1. Verfahren zum einbadig/einstufigen Färben von Textilmaterial aus linearen Polyesterfasern in Mischung mit Cellulosefasern nach der Ausziehtechnik aus wäßrigem Medium gleichzeitig mit Dispersionsfarbstoffen und Reaktivfarbstoffen unter angenähert neutralen pH-Bedingungen durch Erhitzen auf um den Kochpunkt liegende Badtemperaturen, dadurch gekennzeichnet, daß als Färbegut carrierfrei färbbare Polyesterfasern aufweisende Mischungen mit den Cellulosefasern aus elektrolythaltigen Flotten, enthaltend Kombinationen von dispergierten bzw. gelösten Farbstoffen der obigen unterschiedlichen Gattungen für beide Fasertypen sowie gegebenenfalls noch übliche Färbereihilfsmittel, ausgenommen Carrier, in Gegenwart von pH-regulierenden Chemikalien bei pH-Werten im Bereich zwischen 6 und 8,5, vorzugsweise zwischen 6,5 und 8, sowie bei Temperaturen zwischen 90 °C und 105 °C, vorzugsweise zwischen 95 °C und 100 °C, gefärbt werden.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die beim Aufbau der Fasermischungen beteiligten Einzelfaserkomponenten - bezogen auf das Gewicht - im Mischungsverhältnis von 5 bis 95 Teilen, vorzugsweise zwischen 30 und 70 Teilen an carrierfrei färbbarer Polyesterfaser, und von 95 bis 5
5 Teilen, vorzugsweise zwischen 70 und 30 Teilen an Cellulosefaser, je 100 Teile der Gesamtmischung vorliegen.

3. Verfahren gemäß den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den als Bestandteil der Fasermischungen beteiligten carrierfrei färbbaren Polyester-Fasertypen um solche Polyethylenterephthalat-Fasern, welche durch Copolymerisation mit längerkettigen Diolen, vorzugsweise aus
10 Polyethylenoxiden oder Polypropylenoxiden, mit Hydroxycarbonsäuren oder aliphatischen Dicarbonsäuren oder mit phosphor-organischen Verbindungen, vorzugsweise auf Basis von bifunktionellen Phosphorsäurederivaten, modifiziert worden sind, oder um Polybutylenterephthalat-Fasern handelt.

4. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß sämtliche für die Durchführung der Färbung vorgesehenen Zutaten/Chemikalien von Anfang an, insbesondere vor dem Aufheizen auf Färbetemperatur, im Färbebad vorhanden sind.

5. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß nach
15 beendigem Ausziehvorgang eine Nachbehandlung der gefärbten Ware durch alternierendes Dämpfen mit Sattedampf und Spülen mit kaltem oder warmem Wasser angeschlossen wird.

6. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß nach
20 beendigem Ausziehvorgang eine Nachbehandlung der gefärbten Ware mit einem kationaktiven Nachbehandlungsmittel angeschlossen wird.

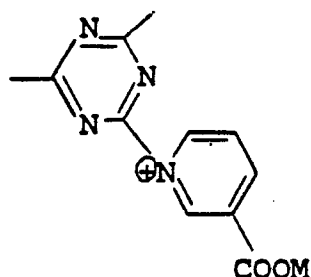
7. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man als Dispersionsfarbstoff mindestens einen solchen einsetzt, welcher unter der Gattungsbezeichnung (C.I. Generic Name)

C.I. Disperse Yellow 5, 7, 23, 42, 54, 56, 58, 60, 64, 70, 79, 100, 104, 114, 122, 146, 163, 201, 204, 218,
25 C.I. Disperse Orange 1, 3, 13, 20, 25, 29, 30, 32, 33, 38, 45, 53, 54, 61, 66, 76, 130,
C.I. Disperse Red 43, 50, 54, 54:1, 60, 65, 73, 75, 86, 88, 91, 92, 122, 132, 135, 143, 150, 152, 153, 154,
159, 167, 167:1, 169, 177, 182, 183, 184, 191, 194, 200, 202, 206, 207, 210, 225, 258, 281, 312, 319, 323,
324, 338, 343, 358,
C.I. Disperse Violet 26, 27, 28, 63, 77 und
30 C.I. Disperse Blue 35, 55, 56, 60, 73, 81, 87, 143, 183, 185, 198, 333, 345 bekannt ist.

8. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man als Reaktivfarbstoff mindestens einen solchen einsetzt, welcher als faserreaktives System eine an einen aromatischen Kern des Chromophors direkt oder über ein kurzkettiges, vorzugsweise aliphatisches Brückenglied gebundene

35 Vinylsulfonyl-, β -Sulfato-ethylsulfonyl-, β -Thiosulfato-ethylsulfonyl-, β -Chlor-ethylsulfonyl-, β -Dialkylamino-ethylsulfonyl-, Ethylen-imidyl-, gegebenenfalls substituierte Acrylamid-, α -Chloressigsäure-amid, β -Chlor- bzw. β -Sulfato- bzw. β -Alkylsulfon-propionsäure-amid- bzw. -sulfonamid-, Monochlor-triazinyl-, Dichlor-triazinyl-, Monofluor-triazinyl-, Difluor-triazinyl-, gegebenenfalls substituierte Pyridinium-triazinyl-, Monochlor-pyrimidinyl-, Dichlor-pyrimidinyl-, Trichlor-pyrimidinyl-, Monofluor-pyrimidinyl-, Difluor-pyrimidinyl-,
40 Monochlor-difluor-pyrimidinyl-, Methylsulfonyl-chlor-methyl-pyrimidinyl-, Fluor-chlor-methyl-pyrimidinyl-, Monochlor-pyridazinyl-, Dichlor-pyridazinyl-, Monofluor-pyridazinyl-, Difluor-pyridazinyl-, Monochlor-chinoxalanyl-, Dichlor-chinoxalanyl-, Monofluor-chinoxalanyl-, Difluor-chinoxalanyl-, Dichlor-phthalazinyl- oder Difluor-phthalazinyl-Gruppierung einfach oder mehrfach, gegebenenfalls von unterschiedlicher Natur, am gleichen Molekül aufweist.

45 9. Verfahren gemäß Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß der eingesetzte Reaktivfarbstoff als faserreaktives System mindestens eine substituierte s-Triazinyl-Gruppe vom Typ entsprechend der allgemeinen Formel (I)

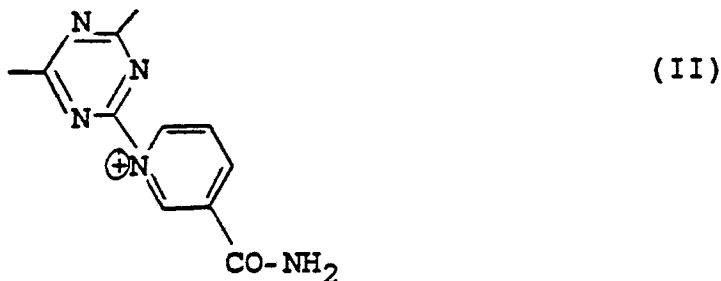


(I)

enthält, worin M = Wasserstoff oder ein Alkalimetall, vorzugsweise Natrium oder Kalium bedeutet.

10. Verfahren gemäß Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der eingesetzte Reaktivfarbstoff als faserreaktives System neben mindestens einer substituierten s-Triazinyl-Gruppe vom Formel-Typ (I) im gleichen Molekül noch mindestens eine weitere Reaktivgruppe von anderer chemischer Struktur enthält.

11. Verfahren gemäß Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß der eingesetzte Reaktivfarbstoff als faserreaktives System mindestens eine substituierte s-Triazinyl-Gruppe vom Typ entsprechend der allgemeinen Formel (II)



enthält

12. Verfahren gemäß Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß der eingesetzte Reaktivfarbstoff als faserreaktives System neben mindestens einer substituierten s-Triazinyl-Gruppe vom Formel-Typ (II) im gleichen Molekül noch mindestens eine weitere Reaktivgruppe von anderer chemischer Struktur enthält.

13. Textilmaterial bestehend aus carrierfrei färbbaren Polyesterfasern in Mischung mit Cellulosefasern, welches nach einem Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 12 gefärbt worden ist.