



EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

Anmeldenummer: **91100762.3**

Int. Cl.⁵: **D06P 3/82**

Anmeldetag: **22.01.91**

Priorität: **29.01.90 DE 4002482**

Veröffentlichungstag der Anmeldung:
07.08.91 Patentblatt 91/32

Benannte Vertragsstaaten:
CH DE FR GB IT LI

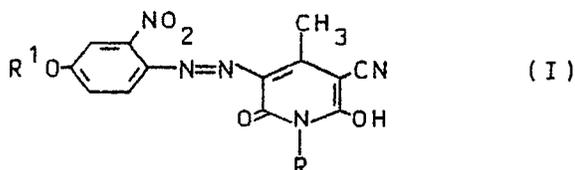
Anmelder: **CASELLA Aktiengesellschaft**
Hanauer Landstrasse 526
W-6000 Frankfurt am Main 61(DE)

Erfinder: **Bühler, Ulrich, Dr.**
Kastanienweg 8
W-8755 Alzenau(DE)
 Erfinder: **Hofmann, Klaus**
Meerholzer Strasse 50
W-6000 Frankfurt/M. 60(DE)
 Erfinder: **Boos, Margareta**
Am See 6
W-6234 Hattersheim(DE)
 Erfinder: **Kühn, Reinhard**
Heinrich-Bleicher-Strasse 39
W-6000 Frankfurt 60(DE)

Vertreter: **Urbach, Hans-Georg, Dr. et al**
Hanauer Landstrasse 526
W-6000 Frankfurt am Main 61(DE)

Verfahren zum Färben von Mischgeweben aus Polyester und natürlichen Fasermaterialien.

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Färben und Bedrucken von Mischgeweben aus Polyester und natürlichen Fasermaterialien, dadurch gekennzeichnet, daß man zum Färben und Bedrucken des Polyester-Anteils der Mischgewebe einen oder mehrere Dispersionsfarbstoffe der allgemeinen Formel I



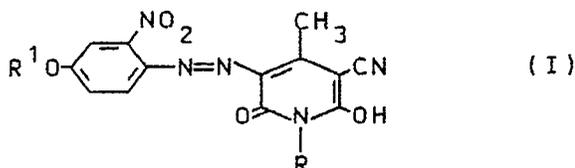
in der

- R Methyl, Ethyl oder Alkyl mit 2 oder 3 C-Atomen, das durch Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen substituiert ist und
 R¹ Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen bedeuten, einsetzt.

VERFAHREN ZUM FÄRBen UND BEDRUCKEN VON MISCHGEWEBEN AUS POLYESTER UND NATÜRLICHEN FASERMATERIALIEN

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zum Färben und Bedrucken von Mischgeweben aus Polyester und natürlichen Fasermaterialien, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Dispersionsfarbstoffe der allgemeinen Formel I

5



10

in der

R Methyl, Ethyl oder Alkyl mit 2 oder 3 C-Atomen, das durch Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen substituiert ist und

15

R¹ Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen bedeuten, einsetzt.

Beim Färben und Bedrucken von Polyester-Cellulose- bzw. Polyester-Woll-Mischgeweben wird in der Regel der Polyesteranteil des Mischgewebes mit Dispersionsfarbstoffen und der Cellulose- bzw. Wollanteil mit Reaktiv-, Direkt-, Entwicklungs-, Leukoküpenester-, Küpen-, Schwefelküpen- oder Schwefelfarbstoffen gefärbt oder bedruckt.

20

Schwierigkeiten bereitet dabei der Anteil an Dispersionsfarbstoff, der beim Färben des Polyesteranteils nicht vollständig auf diesen übergeht, sondern auf der Cellulose- oder Wollfaser verbleibt und diese anschmutzt, was sich negativ auf die Brillanz der Färbung und ihre Echtheiten auswirkt. Der dort verbleibende Farbstoff hat eine andere, trübere Nuance als der in der Polyesterfaser gelöste. Dies macht sich insbesondere bei hellen oder brillanten Färbungen negativ bemerkbar. Aufgrund seiner ungenügenden Affinität zur Cellulose- oder Wollfaser verschlechtert er auch die Naß-, Reib- und Lichtechtheiten der Färbung. Dies äußert sich z.B. bei nachfolgenden Waschprozessen, z.B. der Haushaltswäsche des Verbrauchers, dadurch, daß immer wieder Dispersionsfarbstoff ausblutet und andersfarbige oder gar weiße Begleitgewebe anfärbt. Ein besonderes Problem ist dies bei tiefen Färbungen, zu deren Erzielung Farbstoffüberschüsse eingesetzt werden, bei Färbungen, bei denen der Cellulose- bzw. Wollanteil ungefärbt bleiben soll oder bei Drucken, wo es verschiedenfarbig bedruckte oder aber bedruckte und unbedruckte Stellen gibt.

25

30

Diesem Problem wirkt man i.a. durch Nachwaschen der Färbung entgegen, bei dem die anschmutzenden Partikel vom Gewebe entfernt werden. Dieser Waschprozeß ist zeit- und kostenaufwendig. Da das Nachwaschen der Färbung bei Temperaturen in der Nähe der Färbetemperatur durchgeführt wird, kann dabei in die Waschflotte gelangter Dispersionsfarbstoff den Polyesteranteil irreversibel anschmutzen. Wird die Nachreinigung reduktiv oder oxidativ durchgeführt oder erfolgt die Färbung des Celluloseanteils in reduktivem Milieu, wird der anschmutzende Dispersionsfarbstoff zerstört, und es können Spaltprodukte entstehen, die ihrerseits wieder anschmutzen.

35

Als Farbstoffe zur Herstellung von brillanten Orange-Färbungen mit hohem Echtheitsniveau bzw. als Farbstoffe, die als farbstarke Gilbe in Farbstoffmischungen für Schwarz-, Braun-, Oliv- und andere Nuancen eingesetzt werden können, sind die Farbstoffe der allgemeinen Formel I prinzipiell bekannt und z.B. in DP 1932806 beschrieben.

40

Der Farbstoff der Formel I, in der R für Wasserstoff und R¹ für Methyl steht, ist als C.I. Disperse Orange 151 im Handel und wird zum Färben von Polyester-Mischgewebe eingesetzt.

45

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß die erfindungsgemäß einzusetzenden Farbstoffe beim Färben von Polyester-Wolle und insbesondere Polyester-Cellulose-Mischgewebe eine deutlich geringere Anschmutzung des Anteils der natürlichen Faser zeigen als z.B. C.I. Disperse Orange 151.

50

In der allgemeinen Formel I bedeutet R bevorzugt Ethyl oder Alkyl mit 2 oder 3 C-Atomen, das durch Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen substituiert ist. Solche Reste sind beispielsweise Ethyl, 2-Methoxyethyl, 2-Ethoxyethyl, 2-n-Propoxyethyl, 2-i-Propoxyethyl, 3-Methoxypropyl, 3-Ethoxypropyl, 3-n-Propoxypropyl und 3-i-Propoxypropyl.

Besonders bevorzugt bedeutet R Ethyl oder durch Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen 3-substituiertes n-Propyl.

Ein bevorzugter Rest R¹ ist Methyl.

Ganz besonders bevorzugt bedeuten R Ethyl und R¹ Methyl. Die Farbstoffe der allgemeinen Formel I

sind bekannt und können nach bekannten Verfahren hergestellt werden. Der Polyester-Anteil der Polyester-Cellulose- bzw. Polyester-Wolle-Mischgewebe kann mit Dispersionsfarbstoffen nach dem sogenannten Ausziehverfahren unter HT-Bedingungen oder bei Kochtemperatur unter Carrierzusatz, der Cellulose- oder Wollanteil der Mischgewebe kann mit Reaktiv-, Direkt-, Entwicklungs-, Küpen-, Leukoküpenester-, Schwefelküpen- und Schwefel- bzw. mit Reaktiv- und Direktfarbstoffen aus wässriger Flotte gefärbt werden. Die Farbstoffe können jedoch auch nach dem sogenannten Kontinuumverfahren durch Imprägnieren des Gewebes mit einer wässrigen Klotzflotte, die diese Farbstoffe enthält, und anschließendes Fixieren dieser Farbstoffe auf der Faser durch Thermosolieren, Dämpfen oder einen sogenannten Luftgang auf die Faser aufgebracht werden. Dabei ist es prinzipiell möglich, die Farbstoffe für den Polyesteranteil und für den Cellulose- bzw. Wollanteil gemeinsam oder aber getrennt zu klotzen.

Mit einer separaten Klotzflotte können während des Färbens auf das Gewebe Chemikalien wie z.B. Alkali- und Reduktionsmittel aufgebracht werden. Durch eine chemische Reaktion fixiert das Alkali den Reaktivfarbstoff auf der Cellulose- oder Wollfaser, das Reduktionsmittel überführt den Küpen- bzw. Schwefelküpenfarbstoff in eine zur Cellulosefaser affinen Form.

Bei Bedrucken des Mischgewebes wird der mittels der Druckpaste auf das Gewebe aufgebrauchte Dispersionsfarbstoff in der Polyesterfaser durch HT-Dampf, Druckdampf oder Trockenhitze fixiert.

Prinzipiell ist es möglich, den Polyesteranteil und anschließend den Cellulose- bzw. Wollanteil zu färben. Es kann jedoch auch umgekehrt zuerst der Cellulose- bzw. Wollanteil und erst dann der Polyesteranteil gefärbt werden.

Weiterhin gibt es Färbeverfahren, bei denen ein- oder zweibadig bzw. ein- oder zweistufig gefärbt wird. Ausführliche Angaben zu den Einzelheiten finden sich z.B. in Melliand Textilberichte 61, 261 (1980); Melliand Textilberichte 64, 290, 357 (1983) sowie Chemiefasern/Textilindustrie 1974, 756.

Mit den erfindungsgemäß einzusetzenden Farbstoffen werden bevorzugt Polyester-Cellulose und insbesondere Polyester-Baumwoll-Mischgewebe bedruckt und vorzugsweise gefärbt.

Bevorzugt wird der Celluloseanteil mit Schwefel- oder Küpenfarbstoffen, insbesondere jedoch mit Reaktivfarbstoffen, gefärbt. Ein besonders bevorzugtes Verfahren ist dabei dasjenige, bei dem der Polyesteranteil im sogenannten Thermosolverfahren und der Celluloseanteil mit Reaktivfarbstoff gefärbt wird, wobei man insbesondere den Polyesteranteil zuerst färbt.

Die Farbstoffe der allgemeinen Formel I können auch in Mischungen untereinander und/oder in Kombination mit anderen Dispersionsfarbstoffen in das erfindungsgemäße Verfahren eingesetzt werden.

In den bei obigen Applikationen eingesetzten Färbeflotten und Druckpasten sollen die Farbstoffe oder Farbstoffmischungen in möglichst feiner Verteilung vorliegen.

Die Feinverteilung der Farbstoffe erfolgt in an sich bekannter Weise dadurch, daß man den in der Fabrikation anfallenden Farbstoff zusammen mit Dispergiemitteln in einem flüssigen Medium, vorzugsweise in Wasser, aufschlämmt und die Mischung der Einwirkung von Scherkräften aussetzt, wobei die ursprünglich vorhandenen Farbstoff-Teilchen mechanisch so weit zerkleinert werden, daß eine optimale spezifische Oberfläche erreicht wird und die Sedimentation des Farbstoffs möglichst gering ist. Die Teilchengrößen der Farbstoffe liegt im allgemeinen zwischen 0,5 und 5 μm , vorzugsweise bei etwa 1 μm .

Die bei dem Mahlvorgang mitverwendeten Dispergiemittel können nichtionogen oder anionaktiv sein. Nichtionogene Dispergiemittel sind z.B. Umsetzungsprodukte von Alkylenoxiden, wie z.B. Ethylen- oder Propylenoxid mit alkylierbaren Verbindungen, wie z.B. Fettalkoholen, Fettaminen, Fettsäuren, Phenolen, Alkylphenolen und Carbonsäureamiden. Anionaktive Dispergiemittel sind beispielsweise Ligninsulfonate, Alkyl- oder Alkylarylsulfonate oder Alkyl-aryl-polyglykolethersulfate.

Die so erhaltenen Farbstoffzubereitungen sollen für die meisten Anwendungsweisen gießbar sein. Der Farbstoff- und Dispergiemittelgehalt ist daher in diesen Fällen limitiert. Im allgemeinen werden die Dispersionen auf einen Farbstoffgehalt bis zu 50 Gewichtsprozent und einen Dispergiemittelgehalt bis zu etwa 25 % eingestellt. Aus ökonomischen Gründen werden Farbstoffgehalte von 15 Gewichtsprozent meist nicht unterschritten.

Die Dispersionen können auch noch weitere Hilfsmittel enthalten, z.B. solche, die als Oxidationsmittel wirken, wie z.B. Natrium-m-nitrobenzolsulfonat oder fungicide Mittel, wie z.B. Natrium-o-phenyl-phenolat und Natriumpentachlorphenolat.

Die so erhaltenen Farbstoffdispersionen können sehr vorteilhaft zum Ansatz von Druckpasten und Färbeflotten verwendet werden. Besondere Vorteile bieten sie z.B. bei den Kontinuum-Verfahren, bei denen durch kontinuierliche Farbstoff-Einspeisung in die laufende Apparatur die Farbstoffkonzentration der Färbeflotten konstant gehalten werden muß.

Für gewisse Anwendungsbereiche werden Pulvereinstellungen bevorzugt. Diese Pulver enthalten den Farbstoff oder das Farbstoffgemisch, Dispergiemittel und andere Hilfsmittel, wie z.B. Netz-, Oxydations-, Konservierungs- und Entstaubungsmittel.

Ein bevorzugtes Herstellungsverfahren für pulverförmige Farbstoffzubereitungen besteht darin, daß den oben beschriebenen flüssigen Farbstoffdispersionen die Flüssigkeit entzogen wird, z.B. durch Vakuumtrocknung, Gefriertrocknung, durch Trocknung auf Walzentrocknern, vorzugsweise aber durch Sprühtrocknung.

Zur Herstellung der Färbeflotten werden die erforderlichen Mengen der Farbstoffeinstellungen, die gemäß den obigen Angaben hergestellt wurden, mit dem Färbemedium, vorzugsweise mit Wasser, so weit verdünnt, daß sich für die Färbung ein Flottenverhältnis von 1:5 bis 1:50 ergibt. Zusätzlich werden den Flotten im allgemeinen weitere Färbereihilfsmittel, wie Dispergier-, Netz- und Fixierhilfsmittel zugesetzt.

Soll der Farbstoff oder die Farbstoffmischung für den Textildruck herangezogen werden, so werden die erforderlichen Mengen der Farbstoffeinstellungen zusammen mit Verdickungsmitteln, wie z.B. Alkali-Alginaten oder dergleichen, und gegebenenfalls weiteren Zusätzen, wie z.B. Fixierbeschleunigern, Netzmitteln und Oxydationsmitteln, zu Druckpasten verknetet.

Bevorzugt werden bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Farbstoffe und Farbstoffmischungen als flüssige Präparationen eingesetzt.

Zur Verdeutlichung des Erfindungsgedankens sind nachfolgend einige Färbebeispiele aufgeführt.

15

Beispiel 1

30 g einer Flüssigpräparation, die 25% Reinfarbstoff der allgemeinen Formel I, in der R für Ethyl und R¹ für Methyl steht, enthalten, werden zusammen mit 15 g eines handelsüblichen Antimigrationsmittels und 2 g Mononatriumphosphat so in eine Klotzflotte eingerührt, daß deren Endvolumen 1 Liter beträgt. Mit dieser Klotzflotte wird ein 65 : 35 Polyester/Baumwoll-Mischgewebe bei 25 °C imprägniert, auf ca. 65% Flüssigkeitsaufnahme abgequetscht, im Infrarot-Trockner 30 sec. vorgetrocknet, 60 sec. bei 110 °C getrocknet und der Dispersionsfarbstoff bei 210 °C während 60 sec. in der Polyesterfaser fixiert.

Anschließend wird das vorgefärbte Mischgewebe den Färbebedingungen einer nachfolgenden Reaktivfärbung, allerdings ohne Farbstoff, unterworfen. Dazu wird das Mischgewebe bei 25 °C mit einem Chemikalienbad, das 240 g/ Liter Kochsalz, 15g/Liter Soda, 11,3 g/Liter einer 50%igen Natronlauge und 4 g/Liter eines Oxidationsmittels auf Basis Benzolsulfonsäure-Derivat geklotzt, auf 90-100 % Flüssigkeitsaufnahme abgequetscht und 45 sec. bei 102-105 °C gedämpft. Zuletzt wird das Mischgewebe in heißem Wasser gespült und getrocknet.

Eine Vergleichsfärbung, bei der der Farbstoff der allgemeinen Formel I, in der R für Ethyl und R¹ für Methyl steht, durch den Farbstoff der allgemeinen Formel I, in der R für Wasserstoff und R¹ für Methyl steht, ersetzt wird, fällt deutlich trüber aus.

Der Effekt kann verdeutlicht werden dadurch, daß man den Baumwollanteil des Mischgewebes nach der Färbung mit Schwefelsäure herauslöst. Der verbleibende Polyesteranteil ist bei Verwendung des erfindungsgemäß einzusetzenden Farbstoffs deutlich brillanter gefärbt als bei Verwendung handelsüblicher Farbstoffe.

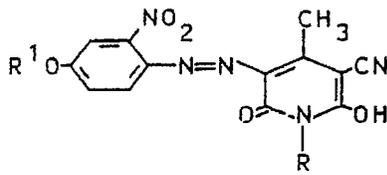
Wird reine Baumwolle, z.B. Baumwoll-Popeline, wie oben beschrieben mit der Klotzflotte imprägniert, fixiert und nachbehandelt, so ist das Substrat bei Verwendung handelsüblicher Farbstoffe orange angeschmutzt, bei Verwendung der erfindungsgemäß einzusetzenden dagegen ist sie rein weiß.

Wird der in Beispiel 1 eingesetzte Farbstoff ersetzt durch einen oder mehrere der in der nachfolgenden Tabelle aufgeführten, erhält man ähnlich gute Ergebnisse.

45

50

55



10

Bei- spiel	R	R ¹
---------------	---	----------------

15

2	CH ₃	CH ₃
---	-----------------	-----------------

3	(CH ₂) ₂ OCH ₃	CH ₃
---	--	-----------------

4	(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	CH ₃
---	--	-----------------

5	(CH ₂) ₂ OiC ₃ H ₇	CH ₃
---	---	-----------------

20

6	(CH ₂) ₂ OnC ₃ H ₇	CH ₃
---	---	-----------------

7	(CH ₂) ₃ OCH ₃	CH ₃
---	--	-----------------

8	(CH ₂) ₃ OC ₂ H ₅	CH ₃
---	--	-----------------

25

9	(CH ₂) ₃ OiC ₃ H ₇	CH ₃
---	---	-----------------

10	(CH ₂) ₃ OnC ₃ H ₇	CH ₃
----	---	-----------------

11	CH ₃	C ₂ H ₅
----	-----------------	-------------------------------

30

12	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
----	-------------------------------	-------------------------------

13	(CH ₂) ₂ OCH ₃	C ₂ H ₅
----	--	-------------------------------

14	(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	C ₂ H ₅
----	--	-------------------------------

15	(CH ₂) ₂ OiC ₃ H ₇	C ₂ H ₅
----	---	-------------------------------

35

16	(CH ₂) ₂ OnC ₃ H ₇	C ₂ H ₅
----	---	-------------------------------

17	CH ₃	nC ₃ H ₇
----	-----------------	--------------------------------

18	(CH ₂) ₂ OCH ₃	nC ₃ H ₇
----	--	--------------------------------

40

19	(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	nC ₃ H ₇
----	--	--------------------------------

20	(CH ₃) ₃ OCH ₃	nC ₃ H ₇
----	--	--------------------------------

21	CH ₃	iC ₃ H ₇
----	-----------------	--------------------------------

45

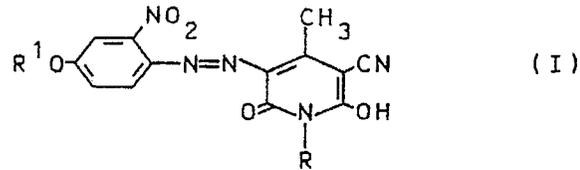
22	(CH ₂) ₃ OCH ₃	iC ₃ H ₇
----	--	--------------------------------

23	(CH ₂) ₃ OC ₂ H ₅	iC ₃ H ₇
----	--	--------------------------------

50 **Patentansprüche**

1. Verfahren zum Färben und Bedrucken von Mischgeweben aus Polyester und natürlichen Fasermaterialien, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Dispersionsfarbstoffe der allgemeinen Formel I

55



5

in der

10 R Methyl, Ethyl oder Alkyl mit 2 oder 3 C-Atomen, das durch Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen substituiert ist und

R¹ Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen bedeuten, einsetzt.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß R¹ Methyl bedeutet.
- 15 3. Verfahren gemäß Anspruch 1 und/oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß R Ethyl oder Alkyl mit 2 oder 3 C-Atomen das durch Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen substituiert ist, bedeutet.
4. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß R Ethyl oder durch Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen 3-substituiertes n-Propyl bedeutet.
- 20 5. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß R Ethyl und R¹ Methyl bedeuten.
6. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man den Polyester-Anteil des Mischgewebes nach dem Thermosol-Verfahren färbt und danach den Cellulose-Anteil mit Reaktivfarbstoffen färbt.
- 25 7. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man die Farbstoffe in flüssiger Präparation einsetzt.
- 30 8. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man die Farbstoffe der allgemeinen Formel I in Kombination mit anderen Dispersionsfarbstoffen einsetzt.

35

40

45

50

55



EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
Y	FR-A-2 312 542 (CASSELLA AG) * das ganze Dokument * - - - -	1-8	D 06 P 3/82
Y	EP-A-0 038 439 (CASSELLA AG) * das ganze Dokument * - - - -	1-8	
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 106, no. 41, 09 Februar 1987 Columbus, Ohio, USA Niwa et al: "Pyridone monoazo dyes" Seite 83; rechte Spalte; ref. no. 34602 & JP-A-6119664 (Mitsubishi Chem.)(28.01.1986) * Zusammenfassung * - - - -	1	
D,A	DE-A-1 932 806 (I.C.I. LTD) * das ganze Dokument * - - - - -	1	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)
			D 06 P C 09 B
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	08 Mai 91	DELZANT J-F.	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X: von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y: von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A: technologischer Hintergrund O: mündliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze		E: älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus anderen Gründen angeführtes Dokument &: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	