

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 846 803 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
10.06.1998 Patentblatt 1998/24

(51) Int. Cl.⁶: **D06P 1/00**, D06P 3/52,
D06P 1/90

(21) Anmeldenummer: **97118347.0**

(22) Anmeldetag: **22.10.1997**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC
NL PT SE**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV RO SI

(30) Priorität: **04.12.1996 DE 19650187**

(71) Anmelder:
**Amann & Söhne GmbH & Co.
74355 Bönningheim (DE)**

(72) Erfinder:
• **Eggers, Rudolf Prof. Dr. -Ing.
21614 Buxtehude (DE)**
• **von Schnitzler, Joachim
22307 Hamburg (DE)**
• **Truckenmüller, Kurt
74076 Heilbronn (DE)**

(74) Vertreter:
**Lau-Loskill, Philipp, Dipl.-Phys.
Berger Dorfstrasse 35
41189 Mönchengladbach (DE)**

(54) **Verfahren zum Färben von textilen Substraten**

(57) Es wird Verfahren zum Färben eines textilen Substrates, insbesondere zum Färben von auf mindestens einer Spule aufgewickelterm Polyestergarn, bei dem das zu färbende textile Substrat in einem Autoklaven angeordnet und mit einem, mindestens einen Farbstoff aufweisenden überkritischen Fluid durchströmt bzw. angeströmt wird, beschrieben. Hierbei wird ein Hilfsfluid mit dem mindestens einen Farbstoff beladen, wobei das Hilfsfluid mit dem überkritischen Fluid in Kontakt gebracht wird und hiernach das textile Substrat mit dem den mindestens einen Farbstoff aufweisenden überkritischen Fluid angeströmt bzw. durchströmt wird.

EP 0 846 803 A2

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Färben von textilen Substraten mit den Merkmalen des Oberbegriffs des Patentanspruchs 1.

Neben der klassischen Färberei im wäßrigen System wird heute zunehmend auf ein Färbeverfahren hingewiesen, bei dem das wäßrige System durch ein überkritisches Fluid ersetzt wird.

Die DE 39 06 724 beschreibt die allgemeinen Parameter, die für die Färbung von Polyester in überkritischen Fluiden zu berücksichtigen sind. Konkret wird dann im Beispiel 1 der DE 39 06 724 die Färbung eines Polyestergewebes beschrieben, derart, daß dieses Polyestergewebe mit einer Farbstoffkombination, bestehend aus drei Dispersionsfarbstoffen, bei einem Flottenverhältnis von 1:7 in einem Laborfärbeapparat unter Anwendung von überkritischem Kohlendioxid gefärbt wird. Hierbei läßt diese DE 39 06 724 A offen, wie dieser Laborfärbeapparat aufgebaut ist.

Ein Verfahren mit den Merkmalen des Oberbegriffs des Patentanspruchs 1 ist aus einer Veröffentlichung in Chemiefasern/Textilindustrie 41./93. Jg. Februar 1991 mit dem Titel "Färbung von Polyester in überkritischem CO₂" zu entnehmen. In dieser Veröffentlichung wird schematisch in Abbildung 10 ein entsprechender Färbeautoklave gezeigt, wobei fußseitig im Färbeautoklave ein Rührer positioniert ist. Oberhalb des Rührers befindet sich ein rohrförmiger Warenträger, auf den das zu färbende Polyestergewebe aufgewickelt wird. Nachdem der Färbeautoklave dann mit dem den Farbstoff enthaltenden überkritischen Fluid gefüllt ist, wird diese überkritische Färbeflotte durch den fußseitig angeordneten Rührer umgewälzt.

Die zuvor beschrieben bekannte Färbeapparatur mag zwar eine Färbung von Polyestergarnen in überkritischen Fluiden im Labormaßstab ermöglichen, ist jedoch nicht dazu geeignet, im Praxismaßstab textile Substrate zu färben. Dies hängt damit zusammen, daß bei der Färbung im Praxismaßstab abhängig von der jeweiligen Farbtiefe erhebliche Mengen Farbstoff dem überkritischen Fluid zugesetzt werden müssen, um so die erwünschte Farbe einzustellen. Desweiteren ist es bei Praxisfärbungen erforderlich, durch Zusatz von einem Farbstoff oder mehreren Farbstoffen die einmal erzielte Farbe zu nuancieren, was jedoch dann nicht gegeben ist, wenn der jeweils verwendete Färbeautoklave bereits mit der überkritischen Farbstofflotte gefüllt ist.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der angegebenen Art zur Verfügung zu stellen, mit dem es möglich ist, innerhalb von kürzester Zeit eine einstellbare Farbstoffmenge dem für die Färbung verwendeten überkritischen Fluid zuzusetzen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Verfahren mit den kennzeichnenden Merkmalen des Patentanspruchs 1 gelöst.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zum Färben eines textilen Substrates, insbesondere zum Färben von auf mindestens einer Spule aufgewickelterm Polyestergarn, wird zunächst das zu färbende textile Substrat in einem Autoklaven angeordnet. In dem Autoklaven wird das zu färbende textile Substrat dann mit einem, mindestens einen Farbstoff aufweisenden überkritischen Fluid durchströmt und/oder angeströmt. Um bei dem erfindungsgemäßen Verfahren das hierfür eingesetzte überkritische Fluid mit dem jeweiligen Farbstoff bzw. der Farbstoffkombination, mit dem bzw. mit der die Färbung durchgeführt werden soll, zu beladen, wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zunächst ein Hilfsfluid mit dem entsprechenden Farbstoff bzw. der Farbstoffkombination beaufschlagt. Anschließend wird dieses mit Farbstoff bzw. Farbstoffen beladene Hilfsfluid mit dem bei dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten überkritischen Fluid in Kontakt gebracht, so daß hiernach das textile Substrat mit dem den mindestens einen Farbstoff aufweisenden überkritischen Fluid angeströmt bzw. durchströmt wird.

Auf diese Weise gelingt es, bei dem erfindungsgemäßen Verfahren innerhalb kürzester Zeit eine ausreichende und insbesondere eine maximale Beladung des für die Färbung eingesetzten überkritischen Fluid mit dem Farbstoff bzw. der Farbstoffkombination in besonders einfacher Weise zu erreichen.

Der Begriff Farbstoff umfaßt in der vorliegenden Anmeldung nicht nur einen einzelnen Farbstoff sondern auch eine Mischung von Farbstoffen, wobei eine derartige Mischung von Farbstoffen, die in der Regel aus drei bis zwölf Farbstoffen besteht, üblicherweise in der Praxis zum Färben eingesetzt wird.

Der Begriff überkritisches Fluid umfaßt in der vorliegenden Anmeldung alle die Fluide, die sich oberhalb ihres kritischen Punktes befinden, wobei konkrete überkritische Fluide in der DE 39 06 724 aufgeführt sind. Vorzugsweise wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren als überkritisches Fluid Kohlendioxid eingesetzt.

Das zuvor beschriebene erfindungsgemäße Verfahren weist eine Reihe von weiteren Vorteilen auf. So ist zunächst festzuhalten, daß durch Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens das für die Färbung eingesetzte überkritische Fluid, insbesondere Kohlendioxid, mit einer maximalen Farbstoffmenge, insbesondere bis zur Sättigung des überkritischen Fluids, beladen werden kann. Dies wiederum führt dazu, daß das erfindungsgemäße Verfahren erheblich zur Verkürzung der Färbezeit des textilen Substrates beiträgt, da hierbei eine Farbstoffverarmung des überkritischen Fluid während des Durchströmens und/oder Anströmens des jeweils zu färbenden textilen Substrates nicht auftritt. Hierin ist auch ein wesentlicher Grund zu sehen, warum durch Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens Fehlfärbungen vermieden werden, wodurch wiederum die Wirtschaftlichkeit und Reproduzierbarkeit gesteigert wird. Bedingt dadurch, daß bei dem erfindungsgemäßen Verfahren der jeweils verwendete Farb-

stoff nicht als Pulver dem überkritischen Fluid vorgelegt wird, kann es bei dem erfindungsgemäßen Verfahren auch nicht zu einem Zusammenklumpen oder sogar Zusammensintern von Farbstoff kommen, so daß dementsprechend abhängig von den jeweils gewählten Bedingungen eine mit konstanten, aber einstellbaren Farbstoffmengen beladene überkritische Fluid-Färbeflotte das jeweils zu färbende textile Substrat durchströmt bzw. anströmt. Weiterhin ist festzuhalten, daß die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erstellten Färbungen verbesserte Echtheiten aufweisen und daß das erfindungsgemäße Verfahren in der Regel eine gesteigerte Farbstoffausbeute ermöglicht.

Bezüglich des bei dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten Hilfsfluids ist festzuhalten, daß hier jedes Hilfsfluid eingesetzt werden kann, daß einen einwandfreien Transport des Farbstoffes bis zur Kontaktstelle mit dem überkritischen Fluid sicherstellt. Vorzugsweise wird jedoch bei dem erfindungsgemäßen Verfahren ein flüssiges Hilfsfluid verwendet, in dem der Farbstoff gelöst wird, wobei dann eine derartige Farbstofflösung in dem flüssigen Hilfsfluid weitestgehend gewährleistet, daß nach Kontakt des überkritischen Fluids mit dem flüssigen Hilfsfluid das überkritische Fluid bis zu seiner Sättigungsgrenze mit Farbstoff beladen ist. Desweiteren lassen sich bei dieser Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens besonders genau und reproduzierbar die zu dosierenden Farbstoffmengen einstellen, da es hierzu lediglich erforderlich ist, die Durchflußrate (Umwälzrate) des Hilfsfluids auf die Durchflußrate des überkritischen Fluids am Mischungspunkt einzustellen.

Zur Verhinderung einer Entmischung zwischen dem Hilfsfluid und dem überkritischen Fluid und zur Erleichterung des Farbstofftransfers vom Hilfsfluid zum überkritischen Fluid wird bei einer weiteren Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens ein solches Hilfsfluid ausgewählt, das in dem überkritischen Fluid löslich ist.

Ebenso ist es auch möglich, bei dem erfindungsgemäßen Verfahren ein solches Hilfsfluid auszuwählen, das in dem jeweils eingesetzten überkritischen Fluid dispergierbar oder emulgierbar, vorzugsweise in monodisperser Form, ist.

Selbstverständlich kann bei dem erfindungsgemäßen Verfahren das zuvor genannte Hilfsfluid auch durch eine Hilfsfluidmischung ersetzt werden, wobei eine derartige Hilfsfluidmischung dann bevorzugt wird, wenn mehrere Farbstoffe verwendet werden, die in den entsprechenden Hilfsfluiden der Hilfsfluid-Mischung unterschiedlich gut löslich sind.

Der vorstehend verwendete Begriff Lösung des Farbstoffes in dem Hilfsfluid umfaßt bevorzugt eine echte Lösung, soll jedoch auch Farbstoffemulsionen und Farbstoffdispersionen in dem Hilfsfluid abdecken.

Besonders vorteilhaft ist es, wenn bei dem erfindungsgemäßen Verfahren als Hilfsfluid ein natürliches und/oder synthetisches Öl ausgewählt wird. Derartige

natürliche und/oder synthetische Öle weisen einerseits den Vorteil auf, daß sie üblicherweise in der Lage sind, eine Vielzahl von chemisch unterschiedlich aufgebauten Farbstoffen, so insbesondere auch Dispersionsfarbstoffe, zu lösen, wodurch der Farbstofftransfer vom öligen Hilfsfluid zum überkritischen Fluid erheblich verbessert wird. Desweiteren sind diese öligen Hilfsfluide in der Regel gegenüber einer Vielzahl von überkritischen Fluiden, insbesondere auch gegenüber überkritisches Kohlendioxid, inert, so daß während des erfindungsgemäßen Verfahrens keine unerwünschten Veränderungen des Hilfsfluids auftreten.

Flüssige Polyalkylenoxide, insbesondere ethoxylierte Polyethylenglykole und/oder ethoxylierte Polypropylenglykole, haben sich als besonders geeignet zur Anwendung beim erfindungsgemäßen Verfahren als Hilfsfluid erwiesen. Insbesondere dann, wenn derartige Polyalkylenoxide ein mittleres Molekulargewicht zwischen etwa 200 und etwa 2.000, vorzugsweise zwischen etwa 600 und etwa 1.200, aufweisen, ist im besonderen Maße sichergestellt, daß derartige ölige Hilfsfluide auch nach einer vielfachen Anwendung noch eine hinreichende Stabilität besitzen.

Besonders geeignet ist es für den Farbstofftransfer vom Hilfsfluid zum überkritischen Fluid, wenn das mit dem mindestens einen Farbstoff beladene flüssige Hilfsfluid bei dem erfindungsgemäßen Verfahren in einer Zweistoffdüse mit dem überkritischen Fluid vermischt wird. Insbesondere dann, wenn die Strömungsgeschwindigkeiten der miteinander in Kontakt zu bringenden und somit zu vermischenden Fluiden, d.h. die Strömungsgeschwindigkeit des Hilfsfluids sowie des überkritischen Fluids, derart gewählt werden, daß während des Vermischens eine hohe Turbulenz entsteht, läßt sich unter den jeweils gewählten Bedingungen (Temperatur, Druck und Art des überkritischen Fluids) eine maximale Sättigung des überkritischen Fluids mit dem Farbstoff herbeiführen.

Bezüglich der Temperatur, bei der das Hilfsfluid mit dem überkritischen Fluid in Kontakt gebracht und vorzugsweise vermischt wird, ist festzuhalten, daß ein besonders schneller Farbstofftransfer aus dem Hilfsfluid in das überkritische Fluid dann stattfindet, wenn diese Temperatur, insbesondere die Mischungstemperatur zwischen 100 °C und 170 °C, vorzugsweise zwischen 120 °C und 160 °C, liegt.

Grundsätzlich bestehen bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zwei Möglichkeiten, um das Hilfsfluid, das zum Transport des Farbstoffes zum überkritischen Fluid hin benötigt wird, wieder zu entfernen.

Für den Fall, daß das Hilfsfluid den eigentlichen Färbeverlauf des textilen Substrates nicht negativ beeinflußt, bietet es sich an, dieses Hilfsfluid in dem überkritischen Fluid bis zum Ende des eigentlichen Färbevorganges zu belassen. Dies bedeutet jedoch, daß das im Autoklaven und durch das zu färbende textile Substrat strömende überkritische Fluid bei Zugabe von Farbstoff mit dem hierfür erforderlichen Hilfsfluid ange-

reichert wird, so daß mit zunehmender Färbezeit sich in dem überkritischen Fluid auch eine zunehmende Menge an Hilfsfluid befindet. Diese Verfahrensvariante des erfindungsgemäßen Verfahrens wird vorzugsweise für solche Färbungen angewendet, die in hellen Tönen oder mittleren Tönen durchgeführt werden und/oder bei denen das jeweils verwendete Hilfsfluid für den entsprechenden Farbstoff eine solch gute Löslichkeit besitzt, daß relativ kleine Menge Hilfsfluid nur erforderlich sind, um die für die Färbung benötigte Farbstoffmenge dem überkritischen Fluid zuzuführen.

Bei der anderen Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das in dem überkritischen Fluid befindliche Hilfsfluid während und insbesondere nach dem Aufziehen des Farbstoffes auf das zu färbende textile Substrat teilweise oder weitestgehend aus dem überkritischen Fluid entfernt. Diese Verfahrensvariante des erfindungsgemäßen Verfahrens wird immer dann angewendet, wenn die Löslichkeit des Hilfsfluids in dem überkritischen Fluid begrenzt ist, wenn die Löslichkeit des jeweils verwendeten Farbstoffes in dem Hilfsfluid relativ niedrig ist und wenn nach dem erfindungsgemäßen Verfahren dunkle Farbtöne erstellt werden sollen, d.h. wenn in diesem Fall das Hilfsfluid eine relativ große Farbstoffmenge dem verwendeten überkritischen Fluid zur Verfügung stellen muß. Um bei den zuvor beschriebenen beiden Möglichkeiten des erfindungsgemäßen Verfahrens das in dem überkritischen Fluid vorhandene Hilfsfluid zu entfernen, bietet es sich an, dieses Hilfsfluid durch eine Druckabsenkung, vorzugsweise in einem nachgeschalteten Separator, vom überkritischen Fluid abzutrennen.

Eine weitere Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, die vorzugsweise zur Färbung von mit Polyesterger Garn bewickelten Spulen, insbesondere X-Spulen, dient, sieht vor, daß bei dieser Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens eine Vielzahl von mit Polyesterger Garn bewickelten Spulen in dem Autoklaven, vorzugsweise in einem zylindrischen Autoklaven, unter Ausbildung mindestens einer Spulensäule angeordnet wird.

Insbesondere dann, wenn zwei bis zwanzig der zuvor genannten Garnspulen derart unter Ausbildung der Spulensäule in dem Autoklaven angeordnet werden, daß die Spulen unter Verwendung eines zentralen Wickelkerns gehalten und axial zusammengepreßt werden, ermöglicht das erfindungsgemäße Verfahren einen optimalen Transport des mit dem Farbstoff beladenen überkritischen Fluids an jede Stelle der Spulensäule, so daß dementsprechend auch besonders egale Färbungen resultieren. Vorzugsweise wird eine derartige Spulensäule dann nicht, wie aus dem wäßrigen Verfahren bekannt, radial sondern axial durchströmt, so daß dementsprechend die Strömung des mit Farbstoff beladenen überkritischen Fluids innerhalb des Autoklavens von der unteren Stirnfläche der untersten Spule zur oberen Stirnfläche der obersten Spule oder umgekehrt hierzu erfolgt. Überraschend hat sich dabei gezeigt, daß

bei einer derartigen axialen Strömung die Färbezeiten im Vergleich zu einer entsprechenden radialen Durchströmung erheblich, d.h. zwischen 20 % und 50 %, verkürzt werden, ohne daß hierdurch eine Unegalität resultiert.

Eine besonders günstige Verfahrensweise erlaubt eine weitere Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, wobei bei dieser Ausführungsform ein Autoklave verwendet wird, der jeweils nur eine einzige Spulensäule aufnimmt. Der Vorteil dieser Verfahrensvarianten ist darin zu sehen, daß ein derartiger Autoklave gemessen an seiner axialen Länge einen relativ geringen Durchmesser hat, so daß die Herstellungskosten für einen derartigen Autoklaven auch entsprechend vermindert sind. Selbstverständlich ist es möglich, mehrere Spulensäulen in mehreren zylindrischen, parallel geschalteten Autoklaven anzuordnen, die dann gleichzeitig und/oder zeitversetzt mit dem mit Farbstoff beladenen überkritischen Fluid durchströmt werden.

Besonders gute Färbeergebnisse erzielt man bei der zuvor beschriebenen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, wenn Spulen mit einer Wickelhöhe zwischen 150 mm und 900 mm, vorzugsweise zwischen 250 mm und 500 mm, ausgewählt werden. Diese Spulen werden dann unter Ausbildung der zuvor beschriebenen Spulensäule übereinander angeordnet und anschließend bei dem erfindungsgemäßen Verfahren vorzugsweise axial durchströmt. Hierbei entspricht die Wickelhöhe der axialen Länge der Spule.

Bezüglich der Durchmesser der Spulen ist festzuhalten, daß diese Durchmesser vorzugsweise bei einer axialen Durchströmung der Spulen zwischen 100 mm und 800 mm, insbesondere zwischen 200 mm und 400 mm, variieren.

Besonders wirtschaftlich lassen sich nach dem erfindungsgemäßen Verfahren dann auf Spulen gewickelte Garne färben, wenn zuvor Spulen erstellt werden, deren Wickeldichte zwischen 250 g/l und 900 g/l, vorzugsweise zwischen 350 g/l und 650 g/l, variiert.

Wie bereits vorstehend im Zusammenhang mit dem erfindungsgemäßen Verfahren erläutert ist, werden bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die als textile Substrate ausgewählten Garnspulen vorzugsweise axial durchströmt, was bedeutet, daß die Vielzahl, insbesondere zwei bis zwanzig, von übereinander angeordneten Spulen derart durchströmt werden, daß die mit Farbstoff beladene überkritische Flotte von der unteren Spulenstirnfläche der untersten Spule zu der oberen Spulenstirnfläche der obersten Spule und/oder von der oberen Spulenstirnfläche der obersten Spule zu der unteren Spulenstirnfläche der untersten Spule geführt wird.

Um bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Beschickung des Autoklavens mit der Spulensäule zu erleichtern und desweiteren sicherzustellen, daß bei einer axialen Durchströmung ein Vorbeiströmen des mit Farbstoff beladenen überkritischen Fluids an den

Außenlage der Spulen ausgeschlossen wird, sieht eine andere Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens vor, daß hierbei die Spulensäule innerhalb einer Kartusche angeordnet wird, wobei die Innenmantelfläche der Kartusche dicht am äußeren Spulenmantel anliegt. Diese, von einer entsprechenden Kartusche umhüllten Spulensäule wird dann in den zylindrischen Autoklaven derart eingebracht, daß die äußere Mantelfläche der Kartusche dicht an der Innenmantelfläche des Autoklaven anliegt.

Besonders dann, wenn bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Spulen mit einer Leerrohrströmungsgeschwindigkeit zwischen 5 mm/s und 100 mm/s, vorzugsweise zwischen 10 mm/s und 60 mm/s, axial durchströmt werden, lassen sich nach dieser Ausführungsvariante des erfindungsgemäßen Verfahrens innerhalb von kürzester Zeit besonders egale Färbungen erstellen.

Bezüglich der, im eingangs genannten Stand der Technik aufgeführten überkritischen Fluiden ist festzuhalten, daß bei dem erfindungsgemäßen Verfahren vorzugsweise mit überkritischen Kohlendioxid dann gearbeitet wird, wenn das erfindungsgemäße Verfahren zur Färbung von Polyestergarnen (Polyethylenterephthalat) mit Dispersionsfarbstoffen eingesetzt wird. Hierbei wird dann vorzugsweise eine Färbezeit zwischen 15 Minuten und 150 Minuten, ein Druck zwischen 200 bar und 400 bar sowie eine Temperatur zwischen 100 °C und 170 °C ausgewählt.

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich insbesondere auch dazu, um auf Spulen aufgewickelte Polyester-Nähgarne, insbesondere in Form Ihrer Aufmachung als X-Spulen, zu färben. Hierbei fallen unter den Begriff Nähgarne insbesondere polyesterhaltige Garne oder Polyestergarne, wobei derartige Nähgarne dann die an sich für Nähgarne übliche und bekannte Konstruktionen besitzen.

Vorteilhafte Weiterbildungen des erfindungsgemäßen Verfahrens sind in den Unteransprüchen angegeben.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird nachfolgend anhand eines Ausführungsbeispiels in Verbindung mit der Zeichnung näher erläutert. Hierbei zeigen die Figuren 1 bis 3 der Zeichnung Fließschemen von Anlagen.

Die insgesamt mit 1 bezeichnete Anlage weist einen Ansatzbehälter 2 auf, wobei der Ansatzbehälter 2 zur Aufnahme der in dem Hilfsfluid aufgenommenen, vorzugsweise gelösten, Farbstoffen dient. Aus dem Ansatzbehälter 2 wird das mit Farbstoff versehene Hilfsfluid über eine Pumpe 3 zu einer stirnseitig an einem Autoklaven 5 angeordnete Zweistoffmischdüse 4 geführt. Unterhalb der Mischdüse 4 (Figur 1) und mit Abstand von derselben ist eine Säule von Garnspulen 6 vorgesehen, wobei von der Garnspulensäule 6 nur eine einzige X-Spule 6 eingezeichnet ist. Hierbei ist der Außenumfang der Garnspule an den Innenumfang des Autoklaven 5 derart angepaßt, daß abweichend von der

Zeichnung die äußere Mantelfläche der Garnspule 6 an der inneren Mantelfläche des Autoklaven 5 anliegt.

Die Garnspulen werden axial in Pfeilrichtung 7 durchströmt, wie dies beispielsweise für die Garnspule 6 durch den Pfeil 7 angedeutet ist.

Unterhalb und mit Abstand von der Spule 6 ist eine Rohrleitung 8 positioniert. Ein Abschnitt 8 a der Rohrleitung 8 erstreckt sich durch eine Sintermetallplatte 8 b und mündet in einen Tangentialabscheider 8 c. Die Rohrleitung 8 führt über entsprechende Ventile, einen Wärmetauscher WT2, eine Kolbenpumpe 9, einen Pufferbehälter 10 und einen Wärmetauscher WT1 zur Mischdüse 4.

In dieser Rohrleitung 8 (dick eingezeichnet) zirkuliert das für die jeweilige Färbung eingesetzte überkritische Fluid. Dieses überkritische Fluid wird in der Zweistoffmischdüse 4 mit dem mit Farbstoffen beladenen Hilfsfluid vermischt.

Um die gewünschte Färbung durchzuführen, werden die ausgewählten Dispersionsfarbstoffe bei 2 mit dem Hilfsfluid vermischt. Gleichzeitig wird das jeweils verwendete überkritische Fluid in den Autoklaven sowie die Rohrleitungen 8 eingespeist, wobei die Kolbenpumpe 9 eine Zirkulation des überkritischen Fluids bewirkt.

Nachdem die Luft über das eingeführte überkritische Fluid aus dem Autoklaven entfernt ist und die Pumpe 9 eine Zirkulation des überkritischen Fluids bewirkt, erfolgt über das Hilfsfluid und die Pumpe 3 eine Zuführung des mit Farbstoff beladenen Hilfsfluids zur Mischdüse 4.

In der Mischdüse 4 werden das mit Farbstoffen beladene Hilfsfluid mit dem jeweils ausgewählten überkritischen Fluid intensiv vermischt, was dazu führt, daß eine Sättigung bzw. eine nahezu Sättigung des überkritischen Fluids mit Farbstoffen und Hilfsfluid erfolgt. Dieses überkritische, mit Farbstoffen und Hilfsfluid beladene Fluid durchströmt dann axial in Pfeilrichtung 7 die Spulen 6, so daß dementsprechend die Farbstoffe aus dem überkritischen Fluid auf das jeweils zu färbende Garnmaterial übertragen werden.

Nachdem das überkritische Fluid, das fußseitig der Spulen 6 allenfalls mit einer geringen Restmenge Farbstoff noch beladen ist, die Spulen 6 axial durchströmt hat, wird dieses überkritische Fluid dann über die Leitungen 8 a und 8 der Mischdüse 4 erneut zugeführt, um dort mit weiteren Farbstoffen und Hilfsfluid beladen zu werden.

Desweiteren weist die in Figur 1 gezeigte Anlage einen Abscheiderbypass auf, wobei dieser Abscheiderbypass die Leitungen 11, das Drosselventil 12, den Wärmetauscher WT 3, einen Abscheider 13 sowie eine Reihe von Ventilen (nicht beziffert) umfaßt. Hierbei dient der Abscheiderbypass 11 zur Entfernung des Hilfsfluids, wobei das Hilfsfluid immer dann entfernt wird, wenn es die Färbung stört oder wenn die Konzentration des Hilfsfluids in dem überkritischen Fluid einen vorgegebenen Grenzwert überschritten hat. Reste des Hilfs-

fluids, die nicht in Lösung gegangen sind, können auch fußseitig am Tangentialabscheider 8 c über ein Ausstragsventil 8 d entfernt werden.

Um im Abscheiderbypass dieses Hilfsfluid zu entfernen, wird der Abscheiderbypass entsprechend zugeschaltet, derart, daß die entsprechenden Ventile im Leitungssystem 8 und 11 betätigt werden. Dies führt dazu, daß das überkritische Fluid über das Drosselventil 12 entspannt wird, derart, bis im Abscheider 13 das flüssige Hilfsfluid aufgrund seiner verringerten Löslichkeit aus dem dann nicht mehr überkritischen Fluid ausfällt, wobei das nicht mehr überkritische Fluid dem Leitungssystem 8 wieder zugeführt wird und über den Wärmetauscher WT2 und die Kolbenpumpe 9 in den überkritischen Zustand erneut überführt wird.

Darüber hinaus weist die in Figur 1 gezeigte Anlage noch einen Adsorberbypass auf, der die Leitungen 20, einen Adsorber 21 sowie eine Reihe von nicht bezifferten Ventilen umfaßt. Über diesen Adsorberbypass werden Reste des nicht aufgezogenen Farbstoffes adsorptiv vor Beendigung der Färbung entfernt, derart, daß das aus dem Autoklaven austretende überkritische Fluid nach Betätigung der entsprechenden Ventile in der Rohrleitung 8 und der Leitung 20 über den Adsorber 21 geführt wird, wo diese Reste an nicht aufgezogenen Farbstoffen aus dem überkritischen Fluid entfernt werden. Erst nachdem diese Reste an nicht aufgezogenem Farbstoff adsorptiv entfernt worden sind, erfolgt eine Absenkung des Druckes und eine Überführung des überkritischen Fluids in seinen Normalzustand, so daß dann zu diesem Zeitpunkt erst die eigentliche Färbung beendet ist.

Die in den Figuren 2 und 3 gezeigten Anlagen unterscheiden sich von der zuvor beschriebenen Anlage dahingehend, daß hierbei in dem Autoklaven 5 nur die Mischung von überkritischen Fluid mit dem Hilfsfluid nicht jedoch die Färbung erfolgt, so daß diese Mischung dann über die Leitung 31 einem bzw. mehreren Färbeautoklaven 32, 33 und 34 (Figur 3) zugeführt wird, wobei in den Färbeautoklaven 32 bis 34 dann die Säule der Spulen 6 angeordnet sind, die entsprechend axial durchströmt werden. Ansonsten entsprechen die Figuren 2 und 3 der zuvor beschriebenen Figur 1.

Auf der in Figur 1 schematisch abgebildeten Anlage wurden Polyestergerüst-X-Spulen gefärbt, wobei hierzu vier, zu einer Säule übereinander angeordnete Spulen 6 in den Autoklaven 5 eingesetzt wurden.

Als überkritisches Fluid wurden Kohlendioxid bei einem Druck bei 300 bar und einer Temperatur von 130 °C verwendet.

Als Hilfsfluid wurde Polypropylenglykol 600 eingesetzt, wobei die Konzentration des jeweils verwendeten Farbstoffes bzw. der Farbstoffe im Polypropylenglykol bei 0,7 g Farbstoff bzw. Farbstoffe in 500 g Polypropylenglykol lag.

Die Färbezeit bei Endtemperatur und Enddruck betrug jeweils 45 Minuten.

Es wurden jeweils 0,5 %ige Färbungen mit einem

stellmittelfreien Farbstoff Violett SM1P (Hersteller: Ciba-Geigy), mit einem stellmittelfreien roten Farbstoff mit der Bezeichnung Rot SM1P (Hersteller: Ciba-Geigy) sowie mit handelsüblichen, identischen stellmittelhaltigen Violett- und Rot-Dispersionsfarbstoffen erstellt.

Desweiteren wurde eine 2 %ige Färbung mit den zuvor genannten beiden stellmittelfreien und beiden stellmittelhaltigen Farbstoffen durchgeführt.

Die untersuchten Echtheiten (Reibechtheiten, naß, trocken; Wasserechtheit, schwere Beanspruchung; Waschechtheit 60 °C; Trockenhitzechtheit sowie Lichtecktheit) waren ausgezeichnet und lagen teilweise um etwa ein bis zwei Noten über den Angaben der jeweiligen Farbkarte.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Färben eines textilen Substrates, insbesondere zum Färben von auf mindestens einer Spule aufgewickelterm Polyestergerüst, bei dem das zu färbende textile Substrat in einem Autoklaven angeordnet und mit einem, mindestens einen Farbstoff aufweisenden überkritischen Fluid durchströmt bzw. angeströmt wird, dadurch gekennzeichnet, daß ein Hilfsfluid mit dem mindestens einen Farbstoff beladen wird, daß das Hilfsfluid mit dem überkritischen Fluid in Kontakt gebracht wird und daß hiernach das textile Substrat mit dem mindestens einen Farbstoff aufweisenden überkritischen Fluid angeströmt bzw. durchströmt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein flüssiges Hilfsfluid verwendet wird und daß der mindestens eine Farbstoff in dem flüssigen Hilfsfluid gelöst wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das flüssige Hilfsfluid in dem überkritischen Fluid löslich ist.
4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Hilfsfluid eine Hilfsfluidmischung ist.
5. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß als Hilfsfluid ein natürliches und/oder synthetisches Öl verwendet wird.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Hilfsfluid ein Polyalkylenoxid, insbesondere ein ethoxyliertes Polyethylenglykol und/oder Polypropylenglykol, ausgewählt wird.
7. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das mit dem mindestens einen Farbstoff beladene flüssige Hilfsfluid in einer Zweistoffdüse mit dem überkritischen

Fluid vermischt wird.

8. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Vermischen des Hilfsfluids mit dem überkritischen Fluid unter einer hohen Turbulenz erfolgt.

9. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Hilfsfluid mit dem überkritischen Fluid bei einer Temperatur zwischen 100 °C und 170 °C, vorzugsweise zwischen 120 °C und 160 °C, vermischt wird.

10. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß nach dem Aufziehen des mindestens einen Farbstoffs auf das textile Substrat das überkritische Fluid von dem Hilfsfluid abgetrennt wird.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Hilfsfluid durch eine Druckabsenkung in einem nachgeschalteten Separator vom überkritischen Fluid abgetrennt wird.

12. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß eine Vielzahl von mit Polyestergarn bewickelten Spulen in dem Autoklaven, vorzugsweise in einem zylindrischen Autoklaven, unter Ausbildung mindestens einer Spulensäule angeordnet wird.

13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß zwei bis zwanzig Spulen derart unter Ausbildung der Spulensäule in dem Autoklaven angeordnet werden, daß die Spulen unter Verwendung eines zentralen Wickelkerns gehalten und axial zusammengepreßt werden und daß das mit Farbstoff beladene überkritische Fluid die Spulen axial durchströmt.

14. Verfahren nach Anspruch 12 oder 13, dadurch gekennzeichnet, daß jeweils eine einzige Spulensäule in einem Autoklaven angeordnet wird.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 12 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß Spulen mit einer Wickelhöhe zwischen 150 mm und 900 mm, vorzugsweise zwischen 250 mm und 500 mm, ausgewählt werden.

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 12 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß Spulen mit einem Durchmesser zwischen 100 mm und 800 mm, vorzugsweise zwischen 200 mm und 400 mm, ausgewählt werden.

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 12 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß Spulen mit einer

Wickeldichte zwischen 250 g/l und 900 g/l, vorzugsweise zwischen 350 g/l und 650 g/l, ausgewählt werden.

18. Verfahren nach einem der Ansprüche 12 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Spulen von der unteren Spulenstirnfläche zu der oberen Spulenstirnfläche und/oder von der oberen Spulenstirnfläche zu der unteren Spulenstirnfläche axial durchströmt werden.

19. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Spulen oder die Spulensäule derart in einer Kartusche angeordnet wird bzw. werden, daß der Spulenaußenmantel an der inneren Mantelfläche der Kartusche anliegt, und daß die Kartusche so in den Autoklaven eingesetzt wird, daß der Kartuschenaußenmantel an der Autoklaveninnenwandung anliegt.

20. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Spulen mit einer Leerrohrströmungsgeschwindigkeit 5 mm/s und 100 mm/s, vorzugsweise zwischen 10 mm/s und 60 mm/s, axial durchströmt werden.

21. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß als überkritisches Fluid Kohlendioxid ausgewählt wird.

22. Verfahren nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß das Polyestergarn während 15 Minuten bis 150 Minuten bei einem Druck zwischen 200 bar und 400 bar und einer Temperatur zwischen 100 °C und 170 °C gefärbt wird.

23. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß als Polyester-garn ein Nähgarn ausgewählt wird.





