Europäisches Patentamt European Patent Office Office européen des brevets



EP 0 924 334 A2 (11)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG (12)

(43) Veröffentlichungstag: 23.06.1999 Patentblatt 1999/25

(21) Anmeldenummer: 98122283.9

(22) Anmeldetag: 24.11.1998

(51) Int. Cl.⁶: **D06P 1/00**, D06P 3/54. D06P 1/673, D06P 1/647

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: 15.12.1997 DE 19755647

(71) Anmelder: M. Dohmen Gmbh 41352 Korschenbroich (DE)

(72) Erfinder: Dohmen, Mark 6574 Vira (CH)

(74) Vertreter:

Bonsmann, Manfred, Dipl.-Ing. Kaldenkirchener Strasse 35a 41063 Mönchengladbach (DE)

(54)Verfahren zum Färben von Polyesterfasern aufweisendem Textilgut

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Färben von Polyesterfasern aufweisendem Textilgut, bei dem das Textilgut in einem alkalischen, einen Dispersionsfarbstoff enthaltenden Färbebad bei einer Temperatur oberhalb von 100 °C behandelt wird. Der pH-Wert des Färbebades wird durch anfängliche Zugabe eines Puffergemisches aus vorzugsweise Glycin und Natronlauge vor Beginn des Färbevorganges eingestellt. Außerdem wird ein Perboratsalz, vorzugsweise Natriumperborat, zugegeben. Der pH-Wert wird durch die Wirkung dieser Substanzen von Beginn bis zum Ende des Färbevorganges im wesentlichen konstant gehalten. Durch das Natriumperborat wird zusätzlich reduktiven Vorgängen entgegengewirkt. Weiterhin wird ein Sequestriermittel mit den wesentlichen Bestandteilen Nitrilotriessigsäure und Polycarboxylaten vorgeschlagen.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Färben von Polyesterfasern aufweisendem Textilgut, bei dem das Textilgut in einem alkalischen, einen Dispersionsfarbstoff enthaltenden Färbebad bei einer Temperatur oberhalb von 100 °C behandelt wird.

[0002] Durch Polyester-Färbeverfahren bei Temperaturen oberhalb 100 °C - also unter Überdruck - lassen sich kürzere Färbezeiten als unter Normaldruck erreichen. Außerdem sind Durchfärbung, der Ausgleich von Fixier- und Verstreckungsunterschieden, die Farbausbeute und die Farbechtheiten unter Hochtemperatur-(HT)-Bedingungen verbessert. Jedoch tritt unter HT-Bedingungen bei den üblicherweise verwendeten Färbeverfahren im sauren Färbebad folgendes Problem auf: Während des Färbeprozesses werden niedermolekulare Oligomere aus dem Faserinneren freigesetzt, die bei der Erspinnung von Polyesterendlosfasern als Nebenprodukte auftreten. Diese niedermolekularen Oligomere lagern sich im sauren Färbebad beim Abkühlen der Färbeflotte auf der Faseroberfläche und an den Oberflächen der Färbevorrichtungen ab. Durch diese Ablagerungen werden die technologischen Eigenschaften des Textilgutes, wie z.B. Lauf- und Griffeigenschaften, erheblich verschlechtert. Außerdem werden die Färbevorrichtungen durch die Oligomerablagerungen verschmutzt. Weiterhin sind insbesondere bei dunklen Farbnuancen bei Verwendung eines sauren Färbebads reduktive oder alkalische Reinigungsvorgänge erforderlich.

[0003] Aus diesem Grunde ist die Verwendung alkalischer Färbebäder vorgeschlagen worden. Unter alkalischen Bedingungen ist die Löslichkeit der Oligomere erhöht. Weiterhin findet eine teilweise Verseifung der freigesetzten Oligomere statt, wodurch die unerwünschten Ablagerungen erheblich reduziert werden. Weiterhin kann bei alkalischem Färben in vielen Fällen auf eine reduktive oder alkalische Nachbehandlung verzichtet werden. Bei Verwendung der bekannten sauren Färbebäder stellt der Färbeprozeß im allgemeinen die einzige Behandlungsstufe in saurem Medium dar. Durch alkalisches Färben kann dementsprechend ein pH-Wechsel vermieden und damit das Risiko durch eingeschlepptes Alkali minimiert werden. Ein weiterer Vorteil besteht darin, daß einbadige Färbeverfahren von Polyester-Cellulose-Fasermischungen mit Direktfarbstoffen auch im Alkalischen möglich werden, was zusätzliche Auswahlmöglichkeiten für entsprechende Direktfarbstoffe schafft. Außerdem wird es bei Verwendung eines alkalischen Färbebads grundsätzlich möglich, das Auswaschen bzw. Entschlichten von Polyesterstoffen in einem Bad mit der Färbung zu kombinieren. Weiterhin wird die Rekristallisation von Faserabbauprodukten aus Splitting- und Abschälprozessen durch das Alkali verhindert.

[0004] Bei alkalischer Färbung treten jedoch verschiedene Probleme auf, die zu einem unbefriedigenden Färbeergebnis führen können:

[0005] Zum einen wird die erhoffte Reduktion von Oligomerablagerungen bei bekannten alkalischen Färbebädern häufig nicht erreicht.

[0006] Weiterhin sind die im sauren Färbebad verwendeten Dispersionsfarbstoffe im alkalischen Färbebad teilweise instabil. Die Zerstörung der Farbstoffe erfolgt dabei durch Hydrolyse von Esterverbindungen in den Seitenketten der Farbstoffmoleküle. Der Grad dieser Hydrolyse ist in großem Maße vom pH-Wert des Färbebades während des gesamtes Färbeprozesses abhängig. Bei bekannten Verfahren ist der pH-Wert Schwankungen unterworfen, die zu nicht reproduzierbaren Färbeergebnissen führen können. Ein weiteres Problem stellen Schwermetallionen und mehrwertige Metallionen im Färbebad dar, deren Vorhandensein in wechselnden Konzentrationen großtechnisch nicht zuverlässig ausgeschlossen werden kann. Der Einfluß der Schwermetall- und Metallionen (z.B. Cu²⁺, Fe²⁺) auf das Färbeergebnis ist im alkalischen Färbebad im allgemeinen erheblich größer als im sauren Färbebad. Auch ist der Einfluß von Härtebildnern im Wasser des Färbebades auf das Färbeergebnis im Alkalischen wesentlich größer als im Sauren. Auch weitere Substanzen, wie z.B. Glucose als Abbauprodukt von Schlichteresten, können im Alkalischen das Färbeergebnis negativ beeinflussen. Der stärkere Einfluß der vorgenannten Substanzen im Alkalischen beruht z.T. darauf, daß das Reduktionspotential im Alkalischen stets größer ist als im Sauren, so daß es zu einer irreversiblen Reduktion der Farbstoffe kommen kann.

[0007] Weiterhin ist die Konzentration der im Färbebad gelösten Hilfssubstanzen dadurch beschränkt, daß bei zu hoher Konzentration die generell schwerlöslichen Dispersionsfarbstoffe trotz Verwendung von Dispergiermitteln nicht mehr in Lösung gehalten werden können.

[0008] Aus der DE 39 38 631 A1 ist ein Verfahren zum Färben von polyesterhaltigem Textilgut im alkalischen Färbebad bekannt, bei dem dem Färbebad eine Aminosäure oder ein Anminosäurederivat und ein Alkalimetallsalz der Aminosäure oder des Anminosäurederivats hinzugefügt wird. Mit dem bekannten Verfahren können die vorstehend genannten Probleme jedoch nicht befriedigend gelöst werden.

[0009] Der Erfindung liegt dementsprechend die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Färben von Textilgut aus Polyester und dessen Fasermischungen der eingangs genannten Art derart zu verbessern, daß die vorstehend genannten Probleme vermieden werden. Insbesondere soll die Ablagerung von Oligomeren auf Färbegut und Färbevorrichtungen vermieden und gleichzeitig ein großtechnisch reproduzierbares, gleichbleibend hochwertiges Färbeergebnis erzielt werden. Weiterhin soll erfindungsgemäß ein Färbereihilfsmittel geschaffen werden, mit dem die vorstehend genannten Probleme gelöst werden.

[0010] Die Lösung dieser Aufgabe erfolgt gemäß einem Aspekt der Erfindung dadurch, daß die Einstellung des pH-Wertes des Färbebades durch anfängliche Zugabe eines Puffergemisches aus Glycin und/oder einem Glycinderivat und einer Lauge vor Beginn des Färbevorganges erfolgt, und daß dem Färbebad ein Perboratsalz zugegeben wird.

[0011] In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird der pH-Wert des Färbebades durch anfängliche Zugabe eines Puffergemisches aus Glycin und Natronlauge vor Beginn des Färbevorganges eingestellt und dem Färbebad vor Beginn des Färbevorganges Natriumperborat zugegeben, so daß der pH-Wert durch die Wirkung des Puffergemisches von Beginn bis zum Ende des Färbevorganges im wesentlichen konstant gehalten wird.

[0012] Mit dieser Lösung wird ein doppeltes Puffersystem geschaffen, durch welches eine ausreichende pH-Konstanz bis zum Ende des Färbevorgangs gewährleistet und gleichzeitig reduktiven Prozessen entgegengewirkt wird, ohne daß der Dispersionsfarbstoff durch die Puffersubstanzen aus der Lösung verdrängt wird.

[0013] Der Erfindung liegt u.a. die Erkenntnis zu Grunde, daß bei bekannten alkalischen Färbeverfahren der pH-Wert nicht ausreichend stabil gehalten wird. Vor allem durch die Verseifung der Oligomere nimmt der anfangs eingestellte pH-Wert durch Verbrauch von Alkali zum Ende des Färbeprozesses hin ab, was zur Folge hat, daß anfänglich verseifte und gelöste Oligomere wieder ausfallen. Diesem Effekt wird durch ein leistungsfähiges Puffergemisch entgegengewirkt. Außerdem werden unerwünschte pH-Änderungen durch saure oder alkalische Färbebadbestandteile durch das Puffersystem verhindert und somit ein gleichbleibendes Färbeergebnis erzielt.

[0014] In einer bevorzugten Ausführungsform wird zur Pufferung zum einen ein Glycin/Natronlauge-Puffer (bzw. Glycin/Glycin-Alkalimetallsalz-Puffer) verwendet, der chemisch wie folgt arbeitet:

$$H^{+}$$
 H^{+}
 $H_{3}N^{+}-CH_{2}-COOH \Leftrightarrow H_{3}N^{+}-CH_{2}-COO^{-} \Leftrightarrow H_{2}N-CH_{2}-COO^{-}$ (1)

20

25

35

55

[0015] Die protonierte Form beider Endgruppen liegt nur im Sauren, die deprotonierte Form nur im Alkalischen vor. Durch Zugabe der Natronlauge wird das Zwitterion zum Amin deprotoniert. Neben oder anstelle von NaOH ist auch die Verwendung einer anderen Lauge (z.B. Soda oder Na_3PO_4) denkbar. Jedoch hat sich erwiesen, daß bei jeweils gleichem pH-Wert mittels NaOH die beste Farbstoffstabilität erzielt wird.

[0016] Daß Glycin und Natronlauge im Rahmen der Erfindung als Puffer zusammenwirken, durch den eine pH-Konstanz bis zum Färbeende erzielt wird, konnte durch versuchsweise Variation des Verhältnisses Glycin/Natronlauge belegt werden. Das Färbeergebnis wurde gerade dann optimal, wenn die genannten Bestandteile in einem durch die entsprechende Puffergleichung für den gewünschten pH-Wert vorgegebenen Verhältnis dem Färbebad zugesetzt wurden. Wird das Verhältnis zugunsten des Alkali verschoben, also ein pH-Wert größer als 9,5 erzeugt, so zeigt sich eine Instabilität der Farbstoffe, d.h. die Färbung ist nicht reproduzierbar. Wird das Verhältnis zugunsten des Glycins verschoben, so ist die Pufferkapazität nicht mehr ausreichend und der End-pH liegt deutlich unter 9,0, was zu einer Redeposition der Oligomere, bzw. deren Abbauprodukte, führt.

[0017] Im Rahmen der Erfindung kann sowohl Glycin als auch ein Glycinderivat, bei dem ein Wasserstoff der Aminogruppe durch eine organische Gruppe ersetzt wird, verwendet werden. Unsubstituiertes Glycin erweist sich als besonders vorteilhaft, da bei Verwendung eines Glycinderivats die Aufnahme eines weiteren Protons zur Säurebildung erschwert ist, was die Einstellung des Puffergleichgewichts verlangsamt. Die hydrophoben Reste einer substituierten Amin-Gruppe zeigen außerdem eine erhöhte Dispergierwirkung, durch die der Dispersionsfarbstoff länger im Färbebad gehalten wird und somit der Färbeprozeß verlängert wird.

[0018] Versuche haben weiterhin ergeben, daß mit einem Glycin/Natronlauge-Puffer der pH-Wert nicht in jedem Falle ausreichend konstant gehalten werden kann. Dies beruht darauf, daß die verfügbare Pufferkapazität dadurch begrenzt ist, daß zu hohe Konzentrationen der Puffersubstanzen die bevorzugt verwendeten Dispersionsfarbstoffe trotz Einsatz von Dispergiermitteln aus dem Färbebad ausfällen würden. Die maximal verfügbare Pufferkapazität des Glycin/Natronlauge-Puffers reicht jedoch nicht aus, um bei hohem Oligomeranfall den pH-Wert bis zum Färbeende ausreichend konstant zu halten. Um das Färbeverfahren auch bei größerem Oligomeranfall großtechnisch reproduzierbar durchführen zu können, wird deshalb dem Färbebad erfindungsgemäß zusätzlich ein Perboratsalz, vorzugsweise Natriumperborat, zugegeben, derart, daß bei der Färbetemperatur Wasserstoffperoxid als Oxidationsmittel und ein den pH-Wert stabilisierendes Gemisch aus Borax und Natronlauge gemäß nachfolgender Gleichung freigesetzt wird:

$$4NaBO_3 + 5H_2O \rightarrow 4H_2O_2 + Na_2B_4O_7 + 2NaOH$$
 (2)

[0019] Das Natriumperborat erfüllt eine Doppelfunktion: Zum einen können Borax und Natronlauge den pH-Wert des Färbebades im gewünschten Färbebereich stabilisieren. Die Pufferkapazität des Borax beruht auf einer hydrolytischen Spaltung zu einer wasserarmen Polyborsäure. In nachfolgendem Reaktionsschema wird deutlich, daß bei Vorhanden-

sein von Borax und Natronlauge ein Gleichgewicht erzeugt wird. Bei Verbrauch von Natronlauge zur Verseifung von Oligomeren kann weiteres Borax gespalten werden, d.h. der pH wird aufrecht erhalten:

5

$$Na_2B_4O_7 + (1 + x) H_2O \rightarrow 2 B_2O_3 \cdot x H_2O + 2OH^- + 2NA^+$$
 (3)

[0020] Zum anderen setzt Natriumperborat bei der Färbetemperatur H₂O₂ frei und wirkt somit als Oxidationsmittel, wodurch reduktiven Vorgängen, die das Färbeergebnis im Alkalischen negativ beeinflussen können, entgegengewirkt wird. Insbesondere wird einer Dehalogenierung der Farbstoffe durch Schwermetalle unter reduktiven Bedingungen entgegengewirkt. Auch vielfältige andere Faserbegleitstoffe können ein farbstoffzerstörendes reduktives Potential aufweisen, dem durch das entstehende Wasserstoffperoxid entgegengewirkt wird. Somit wirkt das Natriumperborat erfindungsgemäß als Farbstoffstabilisitor. Hingegen soll eine Oxidation der Farbstoffe, wie sie zwecks Rückbildung des Farbpigments z.B. beim Färben von Cellulosefasern mit Küpenfarbstoffen erwünscht ist, im Rahmen der Erfindung gerade vermieden werden. Damit durch die in diesem Falle unerwünschte Oxidation der Farbstoffe das Färbeergebnis nicht negativ beeinflußt wird, ist die einsetzbare Konzentration des Natriumperborats begrenzt. Versuche haben gezeigt, daß ein Puffersystem nur auf Natriumperboratbasis nicht die erforderliche Pufferkapazität aufweisen kann, ohne daß das Färbeergebnis durch Schädigung der Farbstoffe negativ beeinflußt wird. Deshalb werden erfindungsgemäß zwei Puffersysteme vorgeschlagen, um die erforderliche Pufferkapazität ohne negative Einflüsse auf die Farbstoffe zu erreichen.

[0021] Ein weiterer Vorteil des Einsatzes von Perborat liegt darin, daß das Oxidationsmittel erst bei Erwärmung des Färbebades freigesetzt wird; Einflüsse auf das kalte Färbebad sind somit ausgeschlossen. Neben Natriumperborat ist selbstverständlich auch der Einsatz von Perborat-Salzen mit anderen Kationenpartnern denkbar.

[0022] Die gewählten Puffersysteme besitzen zusammen eine ausreichend hohe Kapazität, sind für den gewünschten pH-Bereich (um pH 9,3) optimal geeignet, ökologisch unbedenklich und großtechnisch anwendbar.

[0023] In zweckmäßiger Ausgestaltung der Erfindung kann außerdem vorgesehen sein, daß dem Puffergemisch Natriumchlorid zugesetzt wird. Dadurch wird das Glycin in Lösung gehalten, indem zu den ionischen Gruppen des Glycins entsprechende Gegenionen geliefert werden. Hierdurch wird vermieden, daß die Zwitterionen durch gegenseitige Anziehung agglomerieren. Zu diesem Zweck sind grundsätzlich auch andere ionische Verbindungen einsetzbar. Das NaCl hat keinen direkten Einfluß auf die Pufferwirkung. Um die Ionenkonzentration im Färbebad möglichst gering zu halten und ein Ausfällen des Farbstoffes zu vermeiden, wird NaCl vorzugsweise höchstens in einem stöchiometrischen Verhältnis zu Glycin zugegeben. Dagegen wird NaCl bei bekannten Färbeverfahren eingesetzt, damit der Farbstoff aus der Färbeflotte auf die Faser durch Verschiebung des Löslichkeitsgleichgewichts zieht bzw. sich nicht wieder in der Flotte löst. Die hierzu verwendeten Konzentrationen liegen deutlich über denen im Rahmen der Erfindung vorgeschlagenen NaCl-Konzentrationen.

[0024] Gemäß einem weiteren Aspekt der Erfindung wird dem Färbebad ein Sequestriermittel mit den wesentlichen Bestandteilen Nitrilotriessigsäure und Polycarboxylaten zugegeben. Durch dieses kombinierte Sequestriermittel werden mehrwertige Metallionen und Schwermetalle sowie Wasserhärtebildner, die das Färbeergebnis negativ beeinflussen können, gebunden. Das Sequestriermittel mit den wesentlichen Bestandteilen Nitrilotriessigsäure und Polycarboxylaten hat sich im pH-Bereich von 9 bis 10 als besonders wirksam erwiesen, ohne daß ein negativer Einfluß auf die Farbstoffe (z.B. Demetallisierung) oder ein Ausfallen der Farbstoffe zu verzeichnen wäre. Diese besonders gute Sequestrierwirkung bei minimaler Einsatzmenge ist auf die Ausnutzung der unterschiedlichen konditionellen Stabilitätskonstanten beider Sequestriermittel für unterschiedliche Kationen im interessierenden pH-Bereich zurückzuführen. So hat Nitrilotriessigsäure im interessierenden pH-Bereich von 9-12 eine Sequestrierwirkung von ca. 200 mg/l für Ca²+, wohingegen die optimale Sequestrierwirkung von ca. 300 mg/l für Fe³+ bei pH 1,5-3 liegt. Diese wird ausgeglichen durch die Verwendung eines Carboxylates mit einer Sequestrierwirkung von nur ca. 60 mg/l für Ca²+ bei pH 8-10, jedoch ca. 550 mg/l für Fe³+ bei pH 9-12. Somit ist Nitrilotriessigsäure speziell für Ca²+-lonen geeignet, wohingegen Carboxylat besser zur Sequestrierung von Fe³+-lonen geeignet ist. Der Einsatz des Sequestriermittels erfolgt bevorzugt in Zusammenhang mit dem vorstehend genannten Puffersystem, kann aber auch isoliert bereits zu einer erheblichen Verbesserung des Färbeergebnisses führen.

[0025] In zweckmäßiger Ausgestaltung der Erfindung kann der Anfangs-pH-Wert des Färbeprozesses im Bereich von etwa 9,3 bis 9,4 liegen. In diesem pH-Bereich ist die Mehrzahl der verfügbaren Dispersionsfarbstoffe noch ausreichend etabil

[0026] Weiterhin kann in zweckmäßiger Ausgestaltung vorgesehen sein, daß der End-pH-Wert des Färbeprozesses den Wert 9,0 nicht unterschreitet. Dieses wird durch eine entsprechende Pufferkapazität erreicht. Auf diese Weise wird ein Ausfallen bereits in Lösung befindlicher Oligomere zum Ende des Färbeprozesses hin zuverlässig vermieden, denn unterhalb pH 9,0 sind die Oligomeren und deren Abbauprodukte bei fallenden Temperaturen im Abkühlprozeß der Färbung nicht mehr löslich.

[0027] Das Konzentrationsverhältnis von Glycin zu Natronlauge (33%-ig) in dem Puffergemisch kann vorzugsweise etwa 1,9 oder weniger betragen. Die Menge an Natronlauge ist so anzupassen, daß ein Ausgangs-pH-Wert von 9,3 bis

9,4 erreicht wird. Die Menge an Glycin bestimmt die Pufferkapazität zur Kompensation alkaliverbrauchender Substanzen.

[0028] Das Konzentrationsverhältnis von Glycin zu Natriumchlorid beträgt vorzugsweise etwa 1.3.

[0029] Weiterhin wird erfindungsgemäß ein Färbereihilfsmittel vorgeschlagen, welches Glycin bzw. ein Glycinderivat, eine Lauge sowie ein Perboratsalz enthält. Die Lauge - vorzugsweise Natronlauge - kann selbstverständlich vor dem Färbevorgang auch separat zugegeben werden.

[0030] Das erfindungsgemäße Färbeverfahren ist sowohl für reine Polyesterfasern als auch für Mischfasern, wie z.B. Polyester/Zellulosefasermischungen geeignet.

[0031] Die Erfindung wird nachfolgend anhand eines Beispiels näher erläutert:

Beispiel:

10

25

35

45

50

[0032] Zum Färben von 100 g Textilgut aus reinem Polyester in einem Flottenverhältnis von 1:10 wird ein Färbebad mit den nachfolgend genannten Inhaltsstoffen (Rest: Wasser) angesetzt. Dabei sind die genauen Einsatzmengen an die Wasserinhaltsstoffe und die Konzentration von Fremdstoffen im Färbegut anzupassen:

2,5 bis 1,3 g Glycin;

- 1,9 bis 0,8 g NaCl;
- 0,1 g Natriumperborat;
- 20 0,3 bis 0,15 g des Polycarboxylate enthaltenden Sequestriermittels mit dem Markennamen Periquest BSD (Hersteller: Dr. Petri);
 - 1,2 bis 0,6 g Nitrilotriessigsäure;

Zugabe von Natronlauge, bis ein Anfangs-pH-Wert von 9,3 bis 9,4 erreicht wird;

- 1,0 g Dispergiermittel;
- Farbstoff-Trichromie mit hoher Stabilität im Färbe-pH-Bereich:
 - 0,5 g Dorospers Gelb KHM *;
 - 0,7 g Dorospers Rot KRG *;
 - 0,3 g Dorospers Blau KGN *.
- [0033] Das Textilgut wird mit einem üblichen Hochtemperaturfärbeverfahren bei ca. 130 °C in einem Färbeaggregat gefärbt. Anschließend ist lediglich ein heißes Spülen erforderlich. Damit wird eine reproduzierbare Färbung mit technologisch verbessertem Textilgut erzeugt.
 - [0034] Die Wirkung des Färbeverfahrens wird nachfolgend anhand folgender Vergleichsbeispiele weitergehend erläutert:

Vergleichsbeispiel 1:

[0035] Aus der folgenden Gegenüberstellung des Puffersystems aus Glycin und Natronlauge mit demjenigen von Natronlauge und Borax, Trinatriumphosphat und Kaliumhydrogenphosphat ergibt sich, daß eine pH-Konstanz bei gleichzeitiger Stabilität der Farbstoffe (bestätigt durch geringste Abweichung zur sauren Referenzfärbung) nur beim erstgenannten System vorliegt. Ferner wird ein Abfallen des pH deutlich, wenn man ausschließlich Alkali verwendet.

55

| | Einfluß der Alkaliart auf Farbstoffstabilität und pH-Konstanz | | | | | | | | |
|----|---|--|---------------|------------|--|---------|---------|--|--|
| 5 | | Doros | spers Gelb BR | A * | Dispersol Orange C-GL ** | | | | |
| | Alkaliart (Menge = pH 9,4) | Farbtonabweichung zur Referenzfärbung | | End -pH | Farbtonabweichung zur Referenzfärbung | | End -pH | | |
| 10 | | Delta C | Delta H | | Delta C | Delta H | | | |
| 10 | 0,16 g/l NaOH 33% | - 1,51 | 0,57 | 8,2 | - 2,82 | 0,20 | 8,4 | | |
| | 0,2 g/l Na ₂ CO ₃ | - 2,19 | 1,14 | 8,8 | - 3,18 | - 1,23 | 8,7 | | |
| | 0,3 g/l Na ₃ PO ₄ | - 0,96 | - 0,49 | 8,1 | - 3,90 | - 2,96 | 8,2 | | |
| 15 | 0,06 g/l Li ₂ CO ₃ | 0,23 | 0,65 | 8,7 | - 2,12 | - 1,31 | 8,9 | | |
| | erfindungsgemäßes Färbebad | 0,35 | 0,48 | 9,2 | - 0,90 | - 0,03 | 9,2 | | |
| | 3,2 g/l Tri-Kaliumphosphat 1,5 g/l Kaliumdihydrogenphosphat | - 1,96 | 1,39 | 8,1 | - 3,48 | 1,49 | 8,2 | | |
| 20 | 0,05 g/l Trinatriumphosphat | 1,32 | 0,25 | 7,8 | 0,54 | 1,45 | 7,7 | | |
| | 0,75 g/l NaOH 33% + 2 g/l Borax | - 11,73 | 4,43 | 8,8 | - 6,05 | 2,43 | 9,0 | | |

^{*}Markenname, Hersteller M. Dohmen GmbH (DE)

[0036] Die Referenzfärbung, sowie die alkalischen Färbungen werden auf Polyester Kreppgestrick durchgeführt. Die saure Färbung erfolgt unter Verwendung von 1 g/l Setamol WS (Markenname Hersteller BASF AG, Ludwigshafen) und pH 4,5 durch Einstellung mit Essigsäure. Dir farbmetrische Auswertung des Farbabstandes wird anhand der CIELAB-Werte Delta C und Delta H wiedergegeben.

Vergleichsbeispiel 2:

25

40

45

50

55

[0037] Im folgenden soll gezeigt werden, wie die Oxidationsmittel Ludigol (Markenname, Hersteller BASF, Ludwigshafen), Perborat und Iodat die Reduktionswirkung von Glucose aufheben können. Wie aus den Farbabweichungen (in ΔL und ΔH) zu ersehen ist, weist Perborat in einer Konzentration von 0,1 g/l schon ein ausreichendes Oxidationspotential auf, besitzt aber keine Negativeffekte bei Abwesenheit von Reduktionsmitteln.

^{**}Markenname, Hersteller BASF AG (DE)

| 5 | 1 g/l Ludigol | | 2 g/l Ludigol | | 5 g/l Ludigol | | 10g/l Ludigol | | 10 g/l Ludigol ; ohne Glu- cose | |
|----|-------------------------------|-------|------------------|-------|------------------|-------|------------------|--------|------------------------------------|-------|
| | ΔL | ΔΗ | ΔL | ΔΗ | ΔL | ΔΗ | ΔL | ΔΗ | ΔL | ΔΗ |
| | -1,53 | -2,64 | -1,52 | -2,45 | -0,44 | -1,26 | -0,63 | -1,42 | -2,85 | -5,13 |
| 10 | | | | | | | | | | |
| | 0,1 g/l Perborat | | 0,2 g/l Perborat | | 0,3 g/l Perborat | | 0,4 g/l Perborat | | 1g/l Perborat | |
| | ΔL | ΔН | ΔL | ΔН | ΔL | ΔΗ | ΔL | ΔΗ | ΔL | ΔΗ |
| | -0,38 | -0,91 | -0,18 | -0,89 | -0,33 | -0,95 | -0,20 | -1,02 | -0,53 | -1,41 |
| 15 | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | Δ | L | ΔΗ | |
| | 1 g/l Perborat ; ohne Glucose | | | | | | -1,05 | | -0,99 | |
| 20 | | | | | | | | | | |
| | 0,05 g/l lodat | | 0,1 g/l lodat | | 0,5 g/l lodat | | 1 g/l lodat | | 2 g/l lodat | |
| | ΔL | ΔН | ΔL | ΔН | ΔL | ΔΗ | ΔL | ΔΗ | ΔL | ΔΗ |
| | -0,35 | -1,04 | -0,31 | -1,11 | -0,35 | -0,99 | -0,07 | -0,48 | 0,10 | -0,38 |
| 25 | | | | | | | Δ | L | Δ | Н |
| | 2 g/l lodat ohne Glucose | | | | | -2,84 | | - 4,94 | | |

Patentansprüche

30

35

40

55

- 1. Verfahren zum Färben von Polyesterfasern aufweisendem Textilgut, bei dem das Textilgut in einem alkalischen, einen Dispersionsfarbstoff enthaltenden Färbebad bei einer Temperatur oberhalb von 100 °C behandelt wird, dadurch gekennzeichnet, daß die Einstellung des pH-Wertes des Färbebades durch Zugabe eines Puffergemisches bestehend wenigstens aus Glycin und/oder einem Glycinderivat und einer Lauge vor Beginn des Färbevorganges erfolgt, und daß dem Färbebad ein Perboratsalz zugegeben wird.
- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der pH-Wert des Färbebades durch anfängliche Zugabe eines Puffergemisches aus Glycin und Natronlauge vor Beginn des Färbevorganges eingestellt wird, und daß dem Färbebad vor Beginn des Färbevorganges Natriumperborat zugegeben wird, so daß der pH-Wert von Beginn bis zum Ende des Färbevorganges im wesentlichen konstant gehalten wird.
- 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß dem Puffergemisch Natriumchlorid zugesetzt wird.
- 45 4. Verfahren zum Färben von Polyesterfasern aufweisendem Textilgut, bei dem das Textilgut in einem alkalischen, einen Dispersionsfarbstoff enthaltenden Färbebad bei einer Temperatur oberhalb von 100 °C behandelt wird, insbesondere nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß dem Färbebad ein Sequestriermittel mit den wesentlichen Bestandteilen Nitrilotriessigsäure und Polycarboxylaten zugesetzt wird.
- 50 **5.** Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Anfangs-pH-Wert des Färbeprozesses im Bereich von etwa 9,3 bis 9,4 liegt.
 - **6.** Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der End-pH-Wert des Färbeprozesses den Wert 9,0 nicht unterschreitet.
 - 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Konzentrationsverhältnis von Glycin zu Natronlauge (33%-ig) in dem Puffergemisch etwa 1,9 oder weniger beträgt.

- **8.** Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Konzentration des Natriumperborats im Färbebad etwa 0,1 g/l beträgt.
- 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Konzentrationsverhältnis von Glycin zu Natriumchlorid etwa 1,3 beträgt.

- 10. F\u00e4rbereihilfsmittel zum alkalischen F\u00e4rben von Polyesterfasern aufweisendem Textilgut mit einem Dispersionsfarbstoff bei einer Temperatur oberhalb von 100 °C, insbesondere zur Verwendung bei einem Verfahren nach einem der Anspr\u00fcche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das F\u00e4rbereihilfsmittel Glycin und/oder ein Glycinderivat und eine Lauge sowie ein Perboratsalz enth\u00e4lt.
- **11.** Färbereihilfsmittel nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Färbereihilfsmittel ein Sequestriermittel mit den wesentlichen Bestandteilen Nitrilotriessigsäure und Polycarboxylaten enthält.