

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 939 161 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
14.04.2004 Bulletin 2004/16

(51) Int Cl.7: **D06P 1/22**, D06B 3/10,
D06B 21/00, D06M 15/19

(21) Numéro de dépôt: **98630005.1**

(22) Date de dépôt: **26.02.1998**

(54) **Procédé de teinture d'une matière textile avec de l'indigo et installation pour la mise en oeuvre du procédé**

Färbeverfahren für Textilmaterialien mit Indigo und Vorrichtung zum Ausführen des Färbeverfahrens

Process for dyeing of textile materials with indigo and installation for carrying out the method

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC
NL PT SE**
Etats d'extension désignés:
AL LT LV MK RO SI

(43) Date de publication de la demande:
01.09.1999 Bulletin 1999/35

(73) Titulaires:
• **Girbaud, François**
London SW7 1NL (GB)
• **Bachelier, Marie-Thérèse**
London SW7 1NL (GB)

(72) Inventeurs:
• **Girbaud, François**
London SW7 1NL (GB)

• **Bachelier, Marie-Thérèse**
London SW7 1NL (GB)

(74) Mandataire: **Schmitz, Jean-Marie et al**
Dennemeyer & Associates S.A.,
P.O. Box 1502
1015 Luxembourg (LU)

(56) Documents cités:
EP-A- 0 246 933 **CH-A- 614 339**
DE-A- 2 544 613 **DE-A- 4 007 504**
DE-A- 4 223 556 **US-A- 2 920 932**
US-A- 3 457 022 **US-A- 4 118 183**
US-A- 4 313 235 **US-A- 4 416 124**

EP 0 939 161 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

[0001] La présente invention concerne un procédé de teinture d'une matière textile avec de l'indigo et une installation pour la mise en oeuvre du procédé.

[0002] Par ce procédé on fabrique un fil textile teinté à l'indigo permettant ensuite de préparer un tissu appelé tissu denim avec lequel on réalise des articles tels que le blue jean, par exemple.

[0003] L'indigo est un des colorants les plus anciens connus et est utilisé depuis des siècles pour teindre les textiles tels que le coton.

[0004] Le brevet EP-B-0 692 042 décrit un procédé de teinture d'une matière textile contenant de la cellulose avec de l'indigo au cours duquel on utilise une solution aqueuse de leuco-indigo préparée par hydrogénation catalytique et on convertit ce dernier en la forme pigmentaire par oxydation à l'air après sa montée sur la matière textile.

[0005] Le brevet US-A-4 283 198 décrit un procédé continu de teinture de fibres cellulosiques avec de l'indigo où on fait passer les fibres au travers d'un train de cuves de trempage contenant un bain de liqueur comprenant du leuco-indigo, de l'hydrosulfite de sodium et de l'hydroxyde de sodium.

[0006] Le brevet US-A-3 457 022 décrit un procédé de teinture de fibres de coton avec de l'indigo où on applique l'indigo à une température entre 65°C et 80°C sur les fils et ensuite on applique de l'indigo à des températures inférieures à 40°C.

[0007] Le blue-jean teinté à l'indigo présente le désavantage qu'il se décolore au lavage. Durant ces dernières années il a même existé une mode qui consistait à porter des blue-jeans décolorés et l'industrie a développé des procédés et des installations pour suivre cette mode, où on accentuait et favorisait la décoloration du tissu en facilitant la décoloration du fil de chaîne. La manière de mettre en oeuvre la teinture facilitait le délavage et le vieillissement. Mais toute mode est éphémère et ne dure qu'un temps.

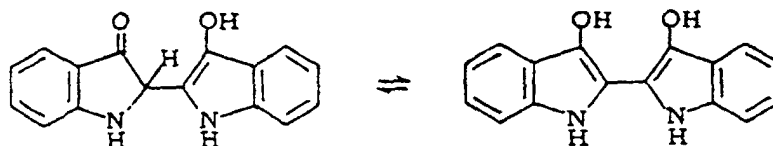
[0008] Le but de la présente invention est la réalisation d'un tissu denim qui résiste à l'usure et à la décoloration par lavage et avec le tissu selon la présente invention on ne se préoccupe plus des eaux de lavage utilisées ainsi que des détergents corrosifs employés au lavage.

[0009] Le procédé de teinture d'une matière textile selon l'invention est décrit dans la revendication 1.

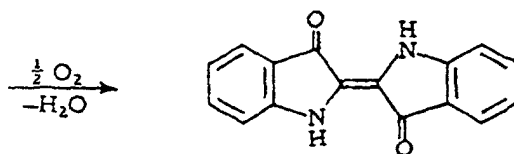
[0010] L'installation pour la mise en oeuvre du procédé de teinture selon l'invention est décrite dans la revendication 8.

[0011] Il est connu que l'indigo est pratiquement insoluble dans l'eau et il ne peut donc être utilisé tel quel pour la teinture. Il doit être utilisé d'abord sous une forme soluble et ensuite on génère le colorant sous une forme insoluble dans la fibre ou le fil.

[0012] Pour fixer l'indigo on oxyde le leuco-indigo selon la réaction:



leuco-indigo



indigo

[0013] Par le procédé selon l'invention, on modifie les opérations habituellement effectuées pour teindre le fil en bleu indigo, en ajoutant des opérations supplémentaires, tant au niveau des bains qu'au stade de l'oxydation et du mercurage préalable pour faciliter la capacité d'absorption et d'imprégnation du fil.

[0014] Au cours du processus d'oxydation, on commence par des expositions très rapides à l'air au début du processus dans les premiers bains de teinture et ensuite après chaque bain on augmente progressivement la durée d'exposition de manière à favoriser la pénétration de l'indigo dans le fil.

[0015] Le fil est ensuite vaporisé à des conditions de température et de pression définies, avant d'être lavé puis

mercerisé de nouveau.

[0016] La deuxième phase du procédé consiste à constituer autour du fil maintenant teint, une isolation pour le rendre insensible au lavage, et il est alors prêt à être utilisé. Pour ce faire il faut d'abord rendre le fil neutre par des passages successifs dans des bains acides.

[0017] Le fil est ensuite complètement séché avant d'être immergé dans un bain qui fixera définitivement l'indigo et qui lui donnera les caractéristiques souhaitées. Le fil obtenu par les procédés connus dans la technique est constitué par une âme centrale blanche, c.-à-d. non teintée et par une partie externe imprégnée par la teinture d'indigo. Grâce au procédé selon l'invention, le fil sera constitué par une âme centrale blanche beaucoup plus mince et l'indigo pénétrera beaucoup plus profondément dans la partie externe de sorte que celle-ci sera teintée beaucoup plus en profondeur. Idéalement le fil sera teinté de part en part par l'indigo.

[0018] Pour que l'invention soit mieux comprise, référence est faite aux figures accompagnantes dans lesquelles:

la fig. 1 représente une vue schématique de l'installation de prélavage utilisée au cours du procédé selon l'invention.

la fig. 2 représente une vue schématique de l'installation de teinture à l'indigo utilisée au cours du procédé selon l'invention.

la fig. 3 représente une vue schématique de l'installation de lavage et de préessuyage utilisée au cours du procédé selon l'invention.

la fig. 4 représente une vue schématique de l'installation d'encollage utilisée au cours du procédé selon l'invention.

la fig. 5 représente une vue schématique de l'installation de séchage et de formation du fil de chaîne selon l'invention.

[0019] En se référant successivement aux figs. 1 à 5 le procédé selon l'invention sera maintenant décrit. Selon ce procédé on met d'abord en oeuvre une étape de prélavage en faisant passer le fil F provenant d'un rouleau de départ sur lequel il est enroulé au travers d'une installation de prélavage 1 constituée par deux ou plusieurs cuves 2 contenant une solution de prélavage 10,15. Le fil est guidé par des rouleaux 3 et 4 dans la première cuve 2 contenant la solution de prélavage puis en sortant de cette solution il passe entre deux rouleaux presseurs 5 pour enlever l'excès de liquide puis, guidé par le rouleau 6, replonge dans la solution de prélavage. A la sortie de ce bain, le fil passe entre deux rouleaux presseurs 7. Ensuite, guidé par les rouleaux de guidage 8 et 9, le fil plonge dans la solution de prélavage 15 se trouvant dans la deuxième cuve 2. Le fil se déplacera dans la deuxième cuve selon un parcours identique à celui de la première cuve en passant successivement entre les deux rouleaux presseurs 12, en-dessous du rouleau de guidage 11 puis entre les rouleaux presseurs 13.

[0020] La solution de prélavage contient un produit imbibant tel que le FINBIL AS (produit par la société Bozzetto) (désignation commerciale) qui est un dérivé d'ester phosphorique d'alcool gras. Il est utilisé dans la solution aqueuse en une concentration de 5 à 8 gr/litre. Ce bain de prélavage est utilisé pour imprégner le fil afin de favoriser la pénétration ultérieure de l'indigo.

[0021] Après cette étape de prélavage on passe à la teinture proprement dite du fil au moyen de l'installation de teinture 30 représentée dans la figure 2.

[0022] L'installation de teinture 30 est constituée par une série de 8 cuves 35 contenant une solution d'indigo réduit. Le fil F provenant de l'installation de prélavage est guidé par le rouleau de guidage 31 dans la solution de teinture se trouvant dans la première cuve 35, tourne autour du rouleau 32 et sort du bain pour passer entre les premiers rouleaux presseurs 34 de la première cuve 35, passe autour rouleau 33 et retourne dans la solution de teinture de la première cuve, passe autour du deuxième rouleau 32 de la première cuve pour ensuite sortir du bain, passe entre le deuxième jeu de rouleaux presseurs 34 de la première cuve. Ensuite le fil passe autour du rouleau 36. Sur le trajet entre le deuxième jeu de rouleaux presseurs 34 et le rouleau 36, le fil imprégné est oxydé et il se forme de l'indigo qui teinte le fil. Après avoir tourné autour du rouleau 36, le fil passera dans la solution de teinture de la deuxième cuve où il subit le même parcours que dans la première cuve aux moyens des rouleaux 31, 32 et 34 de cette deuxième cuve. A la sortie de la deuxième cuve le fil tournera non plus autour d'un rouleau 36, comme à la sortie de la première cuve, mais autour de deux rouleaux 36 et deux rouleaux 37 de sorte que le parcours à l'air, à la sortie de la deuxième cuve sera deux fois plus long qu'à la sortie de la première cuve et l'oxydation sera donc deux fois plus importante. Après avoir tourné autour des deux rouleaux 36 et 37 le fil pénétrera dans la troisième cuve et ainsi de suite jusqu'à la huitième cuve et à la sortie de chaque cuve le fil tournera autour de rouleaux 36. Il convient de remarquer comme il est montré dans la fig. 2 que entre la troisième et la quatrième cuve, il y a trois rouleaux 36, entre la quatrième et la cinquième cuve il y a quatre rouleaux 36 et ainsi de suite jusqu'à la sortie de la huitième cuve où il y aura 8 rouleaux 36. Il en résulte que le temps d'exposition à l'air est augmenté progressivement en passant de la première cuve à la huitième, de telle sorte que si on donne la valeur x à l'oxydation entre la première cuve et la deuxième, on aura successivement:

Entre les 1° et 2° cuves la valeur d'oxydation = x

Entre les 2° et 3° cuves la valeur d'oxydation = 2x

Entre les 3° et 4° cuves la valeur d'oxydation = 3x
 Entre les 4° et 5° cuves la valeur d'oxydation = 4x
 Entre les 5° et 6° cuves la valeur d'oxydation = 5x
 Entre les 6° et 7° cuves la valeur d'oxydation = 6x
 Entre les 7° et 8° cuves la valeur d'oxydation = 7x
 Après la 8° cuve valeur d'oxydation = 8x

[0023] Les bains de teinture contiennent une solution d'indigo réduit contenant 3 à 5% d'indigo en poudre, de l'hydrosulfite de sodium en une quantité correspondant aux 2/3 de la quantité d'indigo et de la soude caustique 36 Baumé en une quantité correspondant au double de la quantité d'indigo.

[0024] Les fils passent au travers des bains à une vitesse de 20 à 60 m/minute selon le type et la qualité du fil.

[0025] L'exemple représenté dans la figure 2 comporte 8 cuves mais il va de soi que l'opération peut être répétée 2, 3 ou davantage de fois en utilisant deux, trois ou davantage de jeux de 8 cuves pour ainsi obtenir une pénétration de plus en plus importante de l'indigo dans le fil.

[0026] Grâce à ce procédé de teinture on obtient une coloration indigo intense et foncée du fil.

[0027] Lorsque le fil a été teint, on procède au lavage et au pressuyage de celui-ci au moyen de l'installation 40 décrite dans la fig. 3. On fait passer le fil successivement dans les cuves 41 à 45 en le guidant au moyen des rouleaux 46, 47 et 48. La cuve 41 contient de l'eau et dans les cuves 42, 43 et 44, on introduit de l'acide acétique ($\text{CH}_3\text{-COOH}$) à 50% de telle façon que la cuve 42 contienne une proportion de 20 cc/l, la cuve 43 contienne 10 cc/l et la cuve 44 contienne 5 cc/l. La cuve 45 contient de nouveau de l'eau, le pH final étant entre 6 et 7 de préférence 6,7.

[0028] A la sortie de la cuve 45, on procède au pressuyage du fil en le faisant passer autour des rouleaux 50 comme on peut le voir dans la figure 3.

[0029] Après le lavage et le pressuyage du fil on procède à l'encollage de la teinture d'indigo sur le fil pour augmenter la résistance au lavage et au frottement des tissus qui seront ultérieurement préparés, en faisant passer le fil au travers de l'installation d'encollage 60 décrite dans la figure 4. Le fil passe dans une cuve 62 contenant un mélange de résines 63 et est guidé au travers de la cuve au moyen des rouleaux de guidage 64 et des rouleaux presseurs 61.

[0030] La composition du mélange de résines est comme suit:

10 à 50 g/l de sels quaternaires de polyalkylamine
 10 à 50 g/l de résine fluorocarbonique
 10 à 200 g/l de résine acrylique
 1 à 20 g/l de polysiloxane autocatalysé
 10 à 200 g/l de résine polyuréthane

[0031] Au cours de cet encollage il se forme un film transparent sur les fibres du fil qui fixe l'indigo sur le fil et augmente ainsi sa résistance au lavage.

[0032] Après cette étape d'encollage on procède au séchage du fil au moyen de l'installation 70 représentée dans la figure 5 en faisant passer, les fils autour des rouleaux 71. Ce séchage se fait à une température entre 150-180°C.

[0033] Par la suite le fil de chaîne est enroulé autour du rouleau 72.

[0034] Le procédé selon l'invention peut être mis en oeuvre avec divers types de fils, par exemple du coton, du coton et de nylon, de coton et de polyester etc... .

[0035] Le procédé et l'installation pour la mise en oeuvre du procédé sont des modes de réalisation préférés et il doit être compris que des modifications peuvent être faites et il est entendu que ces modifications sont également couvertes dans les limites des revendications suivantes.

Revendications

1. Procédé de teinture d'une matière textile avec de l'indigo **caractérisé en ce qu'il** comprend les étapes de:

- a. prélever un fil F en le faisant passer au travers d'une installation de prélavage (1) constituée par deux ou plusieurs cuves (2) contenant une solution de prélavage (10,15) ;
- b. teinter ensuite le fil en le faisant passer au travers d'une installation de teinture (30) constituée par une série de huit cuves (35) contenant chacune une solution d'indigo réduit, et lors du passage d'une cuve (35) à l'autre, le fil subit une oxydation par exposition à l'air transformant l'indigo réduit en indigo lequel teinte alors le fil par imprégnation, l'oxydation par exposition à l'air étant réalisée de telle façon que, en passant successivement de la première cuve (35) à la huitième, si on donne la valeur x à l'oxydation entre la première cuve (35) et la deuxième, on aura successivement:

Entre les 1° et 2° cuves la valeur d'oxydation = x
 Entre les 2° et 3° cuves la valeur d'oxydation = 2x
 Entre les 3° et 4° cuves la valeur d'oxydation = 3x
 Entre les 4° et 5° cuves la valeur d'oxydation = 4x
 Entre les 5° et 6° cuves la valeur d'oxydation = 5x
 Entre les 6° et 7° cuves la valeur d'oxydation = 6x
 Entre les 7° et 8° cuves la valeur d'oxydation = 7x
 Après la 8° cuve valeur d'oxydation = 8x;

c. laver et préessuyer le fil en le faisant passer au travers d'une installation de lavage et de préessuyage (40) comprenant une série de cuves (41, 42, 43, 44 et 45), la première cuve (41) contenant de l'eau, les cuves (42, 43 et 44) contenant de l'acide acétique et la cuve (45) contenant de l'eau de telle sorte que le pH dans la dernière cuve, sera entre 6 et 7, et à la sortie de la cuve (45), on préessuie le fil en le faisant passer entre les rouleaux (50);

d. encoller la teinture d'indigo sur le fil en le faisant passer au travers d'une installation d'encollage (60) comprenant une cuve (62) contenant un mélange de résines pour former un film transparent sur les fibres du fil;
 e. sécher le fil en le faisant passer au travers d'une installation de séchage (70) constituée par des rouleaux (71);

f. recueillir le fil de chaîne en l'enroulant sur le tambour (72).

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'on** utilise au cours de l'étape a) une solution de prélavage contenant un dérivé d'ester phosphorique d'alcool gras, tel que le FINBIL AS.

3. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** le bain de teinture dans les cuves (35) comprend une solution d'indigo réduit contenant 3 à 5% d'indigo en poudre, de l'hydrosulfite de sodium en une quantité correspondant aux 2/3 de la quantité d'indigo et de la soude caustique 36 Baumé en une quantité correspondant au double de la quantité d'indigo.

4. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** dans l'étape c) la solution d'acide acétique dans la cuve (42) est obtenue en ajoutant de l'acide acétique 50% dans la cuve (42) en une quantité de 20 cc/l, la solution d'acide acétique dans la cuve (43) est obtenue en ajoutant de l'acide acétique 50% dans la cuve (43) en une quantité de 10 cc/l et la solution d'acide acétique dans la cuve (44) est obtenue en ajoutant de l'acide acétique 50% dans la cuve (44) en une quantité de 5 cc/l.

5. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** le mélange de résines au cours de l'étape d) comprend un mélange de

10 à 50 g/l de sels quaternaires de polyalkylamine
 10 à 50 g/l de résine fluorocarbonique
 10 à 200 g/l de résine acrylique
 1 à 20 g/l de polysiloxane autocatalysé
 10 à 200 g/l de résine polyurétanique

6. Procédé selon la revendication 1 **caractérisé en ce que** l'étape b) peut être répétée plusieurs fois en utilisant 16, 24 cuves de teinture (35) au lieu de huit.

7. Procédé selon la revendication 1 **caractérisé en ce que** les fils passent au travers des bains de teinture à une vitesse de 20 à 60 m/minute.

8. Installation pour la mise en oeuvre du procédé de teinture selon les revendications 1-5 **caractérisée en ce qu'elle** comprend:

a) une installation de prélavage (1);
 b) une installation de teinture (30);
 c) une installation de lavage et de préessuyage (40) ;
 d) une installation d'encollage (60);
 e) une installation de séchage (70).

9. Installation selon la revendication 8 **caractérisé en ce que** l'installation de prélavage comprend:

deux ou plusieurs cuves (2) contenant une solution de prélavage (10,15), un rouleau de guidage (3) pour amener le fil dans la solution de prélavage (10), un rouleau de guidage (4) pour diriger le fil entre deux rouleaux presseurs (5) lesquels guident le fil vers un rouleau de guidage (6), deux rouleaux presseurs (7) pour essuyer l'excès de liquide, un rouleau de guidage (8) dirigeant le fil dans le liquide de lavage (15) dans la deuxième cuve (2), un rouleau de guidage (9) dirigeant le fil vers deux rouleaux presseurs (12), un rouleau de guidage (11) amenant le fil de nouveau dans la solution de prélavage (15) et deux rouleaux presseurs (13) essuyant le fil à la sortie de la deuxième cuve (2).

10. Installation selon la revendication 8, **caractérisée en ce que** l'installation de teinture (30) comprend une série de 8 cuves (35) contenant un bain d'indigo réduit, une série de rouleaux (31,32,33,34,36 et 37) associés à chaque cuve, les rouleaux (36) étant disposés entre chaque cuve (35) de telle façon qu'il y a un rouleau (36) entre la première et la deuxième cuves (35), deux rouleaux (36) entre la deuxième et la troisième cuves, trois rouleaux (36) entre la troisième et la quatrième cuves (35) et ainsi de suite jusqu'à la huitième cuve (35) et après celle-ci il y a également huit rouleaux (36), cette disposition des rouleaux (36) permettant ainsi d'augmenter progressivement la durée d'exposition du fil à l'air libre pour ainsi oxyder ce fil de telle façon que si on donne la valeur x à l'oxydation entre la première cuve (35) et la deuxième, on aura successivement:

Entre les 1° et 2° cuves la valeur d'oxydation = x
 Entre les 2° et 3° cuves la valeur d'oxydation = 2x
 Entre les 3° et 4° cuves la valeur d'oxydation = 3x
 Entre les 4° et 5° cuves la valeur d'oxydation = 4x
 Entre les 5° et 6° cuves la valeur d'oxydation = 5x
 Entre les 6° et 7° cuves la valeur d'oxydation = 6x
 Entre les 7° et 8° cuves la valeur d'oxydation = 7x
 Après la 8° cuve valeur d'oxydation = 8x.

11. Installation selon la revendication 8, **caractérisée en ce que** l'installation de lavage et de préessuyage (40) comprend une série de cuves (41,42,43,44 et 45) et des rouleaux (46,47 et 48) associés à chaque cuve, la première cuve (41) contenant de l'eau, les cuves (42,43 et 44) contenant de l'acide acétique et la cuve (45) contenant de l'eau de telle sorte que le pH dans la dernière cuve sera entre 6 et 7, et à la sortie de la cuve (45) se trouve une série de rouleaux (50) pour sécher le fil.

12. Installation selon la revendication 8, **caractérisée en ce que** l'installation d'encollage (60) comprend une cuve (62) contenant un mélange de résines.

13. Installation selon la revendication 8, **caractérisé en ce qu'on** utilise au cours de l'étape a) une solution de prélavage contenant un dérivé d'ester phosphorique d'alcool gras, tel que le FINBIL AS.

14. Installation selon la revendication 8, **caractérisé en ce que** le bain de teinture dans les cuves (35) comprend une solution d'indigo réduit contenant 3 à 5% d'indigo réduit en poudre, de l'hydrosulfite de sodium en une quantité correspondant aux 2/3 de la quantité d'indigo et de la soude caustique 36 Baumé en une quantité correspondant au double de la quantité d'indigo.

15. Installation selon la revendication 8, **caractérisé en ce que** dans l'étape c) la solution d'acide acétique dans la cuve (42) est obtenue en ajoutant de l'acide acétique 50% dans la cuve (42) en une quantité de 20 cc/l, la solution d'acide acétique dans la cuve (43) est obtenue en ajoutant de l'acide acétique 50% dans la cuve (43) en une quantité de 10 cc/l et la solution d'acide acétique dans la cuve (44) est obtenue en ajoutant de l'acide acétique 50% dans la cuve (44) en une quantité de 5 cc/l.

16. Installation selon la revendication 8, **caractérisé en ce que** le mélange de résines au cours de l'étape d) comprend un mélange de

10 à 50 g/l de sels quaternaires de polyalkylamine
 10 à 50 g/l de résine fluorocarbonique
 10 à 200 g/l de résine acrylique
 1 à 20 g/l de polysiloxane autocatalysé

10 à 200 g/l de résine polyurétanique

17. Installation selon la revendication 8 **caractérisé en ce que** l'étape b) peut être répétée plusieurs fois en utilisant 16, 24 cuves de teinture (35) au lieu de huit.

Patentansprüche

1. Färbeverfahren eines Textilstoffs mit Indigo, **dadurch gekennzeichnet, dass** es die folgenden Schritte umfasst:

a. Vorwaschen eines Garns F, indem man dieses durch eine Vorwaschanlage (1) laufen lässt, die aus zwei oder mehreren Bottichen (2) besteht, die eine Vorwaschlösung (10, 15) enthalten;

b. anschließendes Färben des Garns, indem man es durch eine Färbeanlage (30) laufen lässt, die aus einer Reihe von acht Bottichen (35) besteht, die jeder eine Lösung aus reduziertem Indigo enthalten, und beim Übergang von einem Bottich (35) auf den anderen das Garn einer Oxidation durch Exposition mit Luft aussetzt, die den reduzierten Indigo in Indigo umwandelt, der das Garn durch Imprägnieren färbt, wobei die Oxidation durch Exposition mit der Luft so durchgeführt wird, dass man beim aufeinander folgenden Durchlaufen vom ersten Bottich (35) bis zum achten Bottich, nacheinander Folgendes erhält, wenn man der Oxidation zwischen dem ersten Bottich (35) und dem zweiten den Wert x gibt:

Zwischen dem 1. und dem 2. Bottich den Oxidationswert = x
 Zwischen dem 2. und dem 3. Bottich den Oxidationswert = 2x
 Zwischen dem 3. und dem 4. Bottich den Oxidationswert = 3x
 Zwischen dem 4. und dem 5. Bottich den Oxidationswert = 4x
 Zwischen dem 5. und dem 6. Bottich den Oxidationswert = 5x
 Zwischen dem 6. und dem 7. Bottich den Oxidationswert = 6x
 Zwischen dem 7. und dem 8. Bottich den Oxidationswert = 7x
 Nach dem 8. Bottich Oxidationswert = 8x

c. Waschen und Vorabstreifen des Garns, indem man es durch eine Wasch- und Vorabstreifanlage (40) laufen lässt, die eine Reihe von Bottichen (41, 42, 43, 44 und 45) umfasst, wobei der erste Bottich (41) Wasser enthält, die Bottiche (42, 43 und 44) Essigsäure enthalten und der Bottich (45) Wasser enthält, sodass der pH im letzten Bottich zwischen 6 und 7 liegt und man das Garn am Ausgang des Bottichs (45) vorabstreift, indem man es zwischen den Rollen (50) durchlaufen lässt;

d. Beschichten der Indigofärbung auf dem Garn, indem man es durch eine Beschichtungsanlage (60) laufen lässt, die einen Bottich (62) umfasst, der ein Gemisch aus Harzen enthält, um einen durchsichtigen Film auf den Garnfasern zu bilden;

e. Trocknen des Garns, indem man es durch eine Trockenanlage (70) laufen lässt, die aus Rollen (71) besteht;

f. Aufnehmen des Kettgarns, indem man es auf die Trommel (72) aufwickelt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man im Laufe des Schritts a) eine Vorwaschlösung verwendet, die ein Fettalkohol-Phosphoresterderivat, wie zum Beispiel FINBIL AS enthält.

3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Farbbad in den Bottichen (35) eine Lösung aus reduziertem Indigo umfasst, die 3 bis 5 % Indigo in Pulverform, Natriumhydrosulfit in einer Menge, die 2/3 der Menge Indigo entspricht, und Ätznatron 36 Baumé in einer Menge enthält, die dem Doppelten der Menge Indigo entspricht.

4. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** beim Schritt c) die Essigsäure im Bottich (42) durch Hinzufügen von 50 %-iger Essigsäure in den Bottich (42) in einer Menge von 20 cm³/l erzielt wird, wobei man die Essigsäurelösung im Bottich (43) durch Hinzufügen von 50 %-iger Essigsäure 50 % in den Bottich (43) in einer Menge von 10 cm³/l erzielt, und die Essigsäurelösung im Bottich (44) durch Hinzufügen von 50 %-iger Essigsäure in den Bottich (44) in einer Menge von 5 cm³/l erzielt.

5. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Gemisch aus Harzen während des Schritts d) ein Gemisch umfasst aus:

10 bis 50 g/l Polyalkylamin-Quartärsalz
 10 bis 50 g/l Fluorkohlenstoffharz
 10 bis 200 g/l Acrylharz
 1 bis 20 g/l autokatalysiertes Polysiloxan
 10 bis 200 g/l Polyurethanharz

6. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Schritt b) mehrere Male unter Verwendung von 16, 24 Farbbottichen (35) an Stelle von acht wiederholt werden kann.

7. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Garne mit einer Geschwindigkeit von 20 bis 60 m/Minute durch die Farbbäder laufen.

8. Anlage zum Durchführen des Färbeverfahrens nach den Ansprüchen 1-5, **dadurch gekennzeichnet, dass** sie Folgendes umfasst:

a. eine Vorwascheinheit (1);
 b. eine Färbereinheit (30);
 c. eine Wasch- und Vorabstreifanlage (40);
 d. eine Beschichtungsanlage (60);
 e. eine Trockenanlage (70).

9. Anlage nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Vorwaschanlage Folgendes umfasst:

zwei oder mehr Bottiche (2), die eine Vorwaschlösung (10, 15) enthalten, eine Führungsrolle (3), um das Garn in die Vorwaschlösung (10) zu führen, eine Führungsrolle (4), um das Garn zwischen zwei Druckrollen (5) zu lenken, die das Garn zu einer Führungsrolle (6) führen, zwei Druckrollen (7) zum Abstreifen des Überschusses an Flüssigkeit, eine Führungsrolle (8), die das Garn in die Waschflüssigkeit (15) in dem zweiten Bottich (2) lenkt, eine Führungsrolle (9), die das Garn zu zwei Druckrollen (12) lenkt, eine Führungsrolle (11), die das Garn wieder in die Vorwaschlösung (15) führt, und zwei Druckrollen (13), die das Garn am Ausgang des zweiten Bottichs (2) abstreifen.

10. Anlage nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Färbereinheit (30) eine Reihe von 8 Bottichen (35) umfasst, die ein Bad aus reduziertem Indigo enthalten, eine Reihe von Rollen (31, 32, 33, 34, 36 und 37), die jedem Bottich zugewiesen sind, wobei die Rollen (36) zwischen den Bottichen (35) so angeordnet sind, dass es eine Rolle (36) zwischen dem ersten und dem zweiten Bottich (35), zwei Rollen (36) zwischen dem zweiten und dem dritten Bottich, drei Rollen (36) zwischen dem dritten und dem vierten Bottich (35) gibt, und so weiter bis zum achten Bottich (35), und dass es nach diesem auch acht Rollen (36) gibt, wobei diese Anordnung der Rollen (36) es erlaubt, die Dauer der Exposition des Garns mit der freien Luft allmählich zu steigern, um dieses Garn so zu oxidieren, dass man nacheinander Folgendes erhält, wenn man der Oxidation zwischen dem ersten Bottich (35) und dem zweiten den Wert x zuweist:

Zwischen dem 1. und dem 2. Bottich den Oxidationswert = x
 Zwischen dem 2. und dem 3. Bottich den Oxidationswert = 2x
 Zwischen dem 3. und dem 4. Bottich den Oxidationswert = 3x
 Zwischen dem 4. und dem 5. Bottich den Oxidationswert = 4x
 Zwischen dem 5. und dem 6. Bottich den Oxidationswert = 5x
 Zwischen dem 6. und dem 7. Bottich den Oxidationswert = 6x
 Zwischen dem 7. und dem 8. Bottich den Oxidationswert = 7x
 Nach dem 8. Bottich Oxidationswert = 8x

11. Anlage nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Wasch- und Vorabstreifanlage (40) eine Reihe von Bottichen (41, 42, 43, 44 und 45) und Rollen (46, 47 und 48) umfasst, die jedem Bottich zugewiesen sind, wobei der erste Bottich (41) Wasser enthält, die Bottiche (42, 43 und 44) Essigsäure enthalten und der Bottich (45) Wasser enthält, sodass der pH im letzten Bottich zwischen 6 und 7 liegt und sich am Ausgang des Bottichs (45) eine Reihe von Rollen (50) zum Trocknen des Garns befindet.

12. Anlage nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Beschichtungsanlage (60) einen Bottich (62) umfasst, der ein Gemisch aus Harzen enthält.

13. Anlage nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** man im Laufe des Schritts a) eine Vorwaschlösung verwendet, die ein Fettalkohol-Phosphoresterderivat, wie zum Beispiel FINBAL AS enthält.

14. Anlage nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Farbbad in den Bottichen (35) eine Lösung aus reduziertem Indigo umfasst, die 3 bis 5 % reduzierten Indigo in Pulverform, Natriumhydrosulfit in einer Menge, die 2/3 der Menge Indigo und Ätznatron 36 Baumé in einer Menge enthält, die dem Doppelten der Menge Indigo entspricht.

15. Anlage nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Essigsäurelösung im Schritt c) im Bottich (42) erzielt wird, indem 50 %-ige Essigsäure im Bottich (42) in einer Menge von 20 cm³/l hinzugefügt wird, die Essigsäurelösung im Bottich (43) erzielt wird, indem 50 %-ige Essigsäure in den Bottich (43) in einer Menge von 10 cm³/l hinzugefügt wird, und die Essigsäurelösung im Bottich (44) erzielt wird, indem 50 %-ige Essigsäure in den Bottich (44) in einer Menge von 5 cm³/l hinzugefügt wird.

16. Anlage nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Gemisch aus Harzen im Laufe des Schritts d) ein Gemisch aus Folgendem umfasst:

- 10 bis 50 g/l Polyalkylamin-Quartärsalz
- 10 bis 50 g/l Fluorkohlenstoffharz
- 10 bis 200 g/l Acrylharz
- 1 bis 20 g/l autokatalysiertes Polysiloxan
- 10 bis 200 g/l Polyurethanharz

17. Anlage nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Schritt b) mehrmals durchgeführt werden kann, indem man 16, 24 Farbbottiche (35) an Stelle von acht verwendet.

Claims

1. A process for dyeing a textile material with indigo, **characterised in that** it comprises the following steps:

- a. prewashing a thread F by passing it through a prewash installation (1) formed by two or more tanks (2) containing a prewash solution (10, 15);
- b. then dyeing the thread by passing it through a dyeing installation (30) formed by a series of eight tanks (35) each containing a solution of reduced indigo and, when passing from one tank (35) to another, the thread experiences oxidation by exposure to the air transforming the reduced indigo into indigo which then dyes the thread by impregnation, oxidation by exposure to the air being implemented in such a way that, on passing successively from the first tank (35) to the eighth, if the value x is given to oxidation between the first tank (35) and the second tank, the results will be in succession:

between the 1st and 2nd tanks the oxidation value = x
 between the 2nd and 3rd tanks the oxidation value = 2x
 between the 3rd and 4th tanks the oxidation value = 3x
 between the 4th and 5th tanks the oxidation value = 4x
 between the 5th and 6th tanks the oxidation value = 5x
 between the 6th and 7th tanks the oxidation value = 6x
 between the 7th and 8th tanks the oxidation value = 7x
 after the 8th tank the oxidation value = 8x;

- c. washing and predrying the thread by passing it through a washing and predrying installation (40) comprising a series of tanks (41, 42, 43, 44 and 45), the first tank (41) containing water, the tanks (42, 43 and 44) containing acetic acid and the tank (45) containing water, such that the pH-value in the last tank will be between 6 and 7 and at the exit from the tank (45) the thread is predried by passing it between the rollers (50);
- d. sizing the indigo dye on the thread by passing it through a sizing installation (60) comprising a tank (62) containing a mixture of resins to form a transparent film on the fibres of the thread;

- e. drying the thread by passing it through a drying installation (70) formed by rollers (71); and
- f. collecting the warp thread by rolling it on the drum (72).

2. A process according to claim 1 **characterised by** using in the course of step a) a prewash solution containing a derivative of fatty alcohol phosphoric ester such as FINBIL AS.

3. A process according to claim 1 **characterised in that** the dyeing bath in the tanks (35) comprises a solution of reduced indigo containing 3 to 5% of indigo in powder form, sodium hydrosulphite in an amount corresponding to two-thirds of the amount of indigo and 36 Baumé caustic soda in an amount corresponding to double the amount of indigo.

4. A process according to claim 1 **characterised in that** in step c) the solution of acetic acid in the tank (42) is obtained by adding 50% acetic acid to the tank (42) in an amount of 20 cc/l, the solution of acetic acid in the tank (43) is obtained by adding 50% acetic acid to the tank (43) in an amount of 10 cc/l and the solution of acetic acid in the tank (44) is obtained by adding 50% acetic acid to the tank (44) in an amount of 5 cc/l.

5. A process according to claim 1 **characterised in that** the mixture of resins in the course of step d) comprises a mixture of:

- 10 to 50 g/l of quaternary polyalkylamine salts,
- 10 to 50 g/l of fluorocarbon resin,
- 10 to 200 g/l of acrylic resin,
- 1 to 20 g/l of autocatalysed polysiloxane, and
- 10 to 200 g/l of polyurethane resin.

6. A process according to claim 1 **characterised in that** step b) can be repeated several times using 16 or 24 dyeing tanks (35) instead of eight.

7. A process according to claim 1 **characterised in that** the threads pass through the dyeing baths at a speed of 20 to 60 m/minute.

8. An installation for carrying out the dyeing process according to claims 1 to 5 **characterised in that** it comprises:

- a) a prewash installation (1);
- b) a dyeing installation (30);
- c) a washing and predrying installation (40);
- d) a sizing installation (60); and
- e) a drying installation (70).

9. An installation according to claim 8 **characterised in that** the prewash installation comprises:

two or more tanks (2) containing a prewash solution (10, 15), a guide roller (3) for passing the thread into the prewash solution (10), a guide roller (4) for directing the thread between two pressing rollers (5) which guide the thread towards a guide roller (6), two pressing rollers (7) for removing the excess of liquid, a guide roller (8) directing the thread into the washing liquid (15) in the second tank (2), a guide roller (9) directing the thread towards two pressing rollers (12), a guide roller (11) passing the thread into the prewash solution (15) again, and two pressing rollers (13) for drying the thread as it leaves the second tank (2).

10. An installation according to claim 8 **characterised in that** the dyeing installation (30) comprises a series of eight tanks (35) containing a bath of reduced indigo, a series of rollers (31, 32, 33, 34, 36 and 37) associated with each tank, the rollers (36) being disposed between each tank (35) in such a way that there is one roller (36) between the first and second tanks (35), two rollers (36) between the second and third tanks, three rollers (36) between the third and fourth tanks (35) and so forth to the eighth tank (35) and after same there are also eight rollers (36), that arrangement of rollers (36) thus making it possible to progressively increase the period for which the thread is exposed to the open air to thus cause oxidation of the thread in such a way that if the value x is given to oxidation between the first tank (35) and the second tank, the results will be in succession:

between the 1st and 2nd tanks the oxidation value = x

between the 2nd and 3rd tanks the oxidation value = 2x
 between the 3rd and 4th tanks the oxidation value = 3x
 between the 4th and 5th tanks the oxidation value = 4x
 between the 5th and 6th tanks the oxidation value = 5x
 between the 6th and 7th tanks the oxidation value = 6x
 between the 7th and 8th tanks the oxidation value = 7x
 after the 8th tank the oxidation value = 8x.

11. An installation according to claim 8 **characterised in that** the washing and predrying installation (40) comprises a series of tanks (41, 42, 43, 44 and 45), and rollers (46, 47 and 48) associated with each tank, the first tank (41) containing water, the tanks (42, 43 and 44) containing acetic acid and the tank (45) containing water, such that the pH-value in theJast tank will be between 6 and 7 and at the exit from the tank (45) there is a series of rollers (50) for drying the thread.

12. An installation according to claim 8 **characterised in that** the sizing installation (60) comprises a tank containing a mixture of resins.

13. An installation according to claim 8 **characterised by** using in the course of step a) a prewash solution containing a derivative of fatty alcohol phosphoric ester such as FINBIL AS.

14. An installation according to claim 8 **characterised in that** the dyeing bath in the tanks (35) comprises a solution of reduced indigo containing 3 to 5% of reduced indigo in powder form, sodium hydrosulphite in an amount corresponding to two-thirds of the amount of indigo and 36 Baumé caustic soda in an amount corresponding to double the amount of indigo.

15. An installation according to claim 8 **characterised in that** in step c) the solution of acetic acid in the tank (42) is obtained by adding 50% acetic acid to the tank (42) in an amount of 20 cc/l, the solution of acetic acid in the tank (43) is obtained by adding 50% acetic acid to the tank (43) in an amount of 10 cc/l and the solution of acetic acid in the tank (44) is obtained by adding 50% acetic acid to the tank (44) in an amount of 5 cc/l.

16. An installation according to claim 8 **characterised in that** the mixture of resins in the course of step d) comprises a mixture of:

10 to 50 g/l of quaternary polyalkylamine salts,
 10 to 50 g/l of fluorocarbon resin,
 10 to 200 g/l of acrylic resin,
 1 to 20 g/l of autocatalysed polysiloxane, and
 10 to 200 g/l of polyurethane resin.

17. An installation according to claim 8 **characterised in that** step b) can be repeated several times using 16 or 24 dyeing tanks (35) instead of eight.

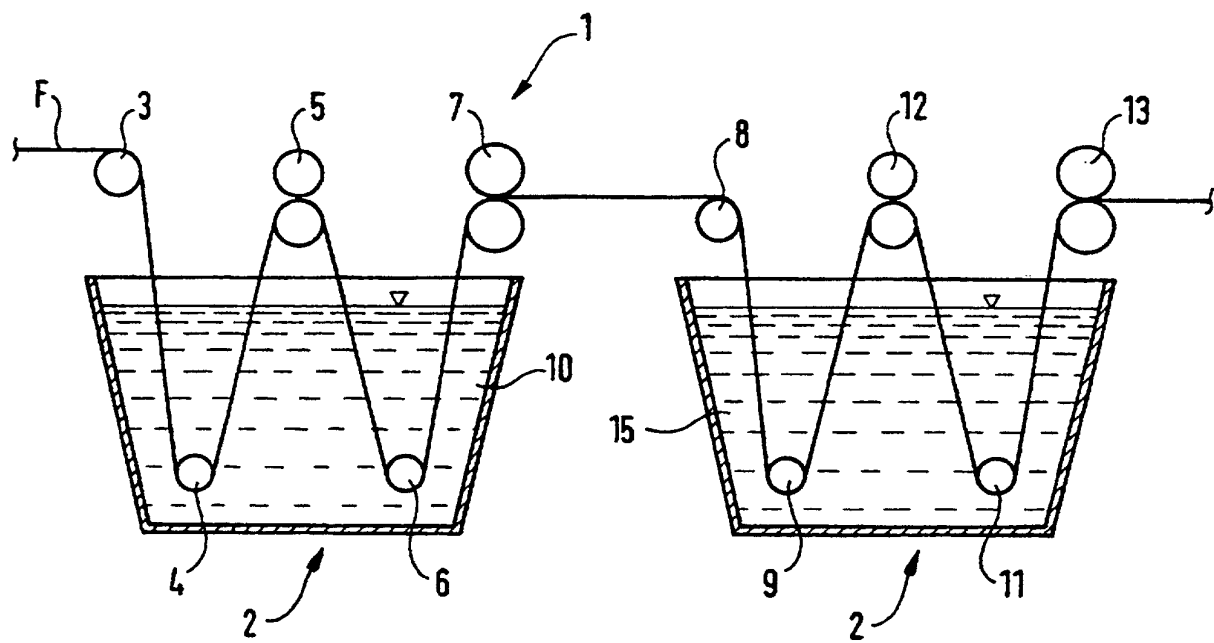
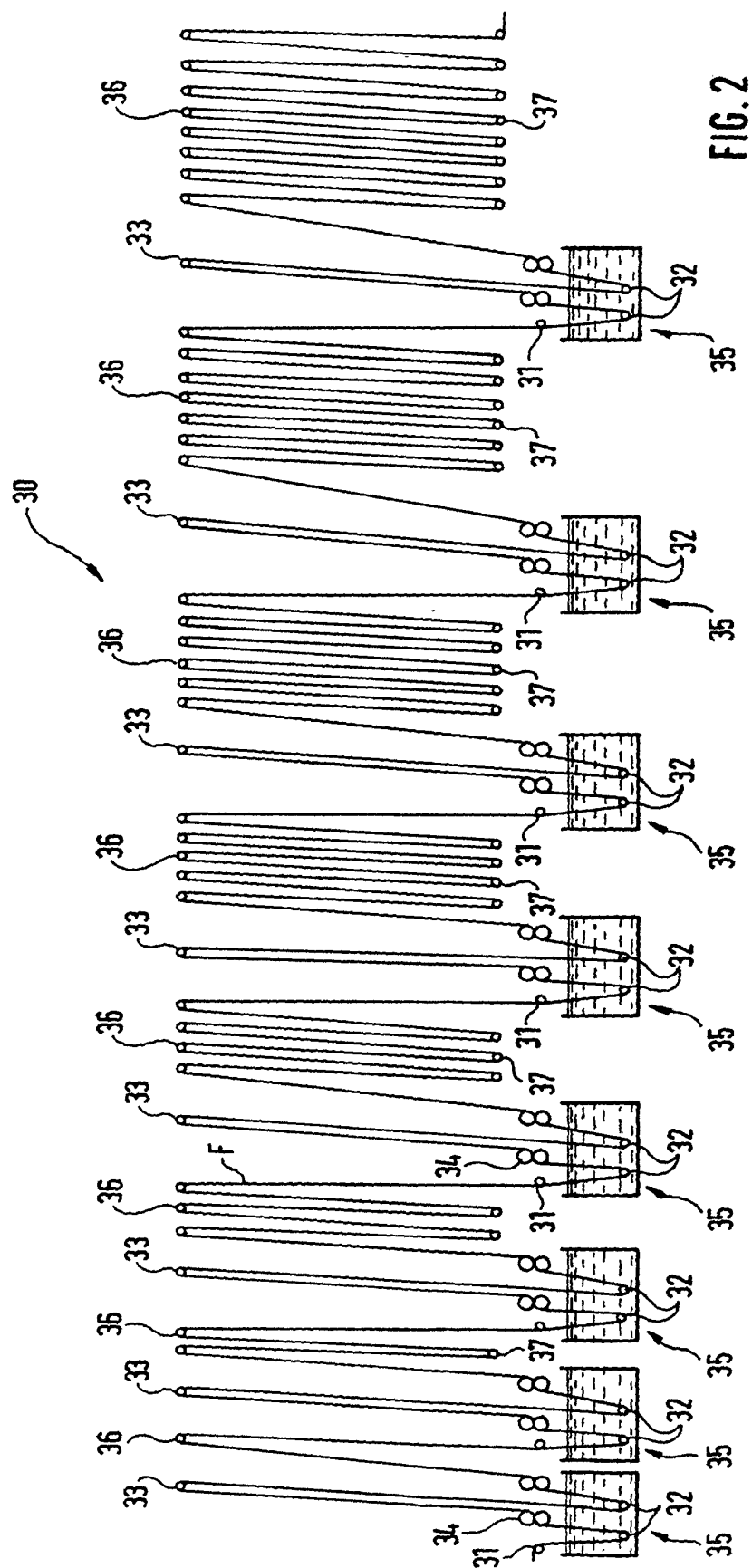


FIG. 1



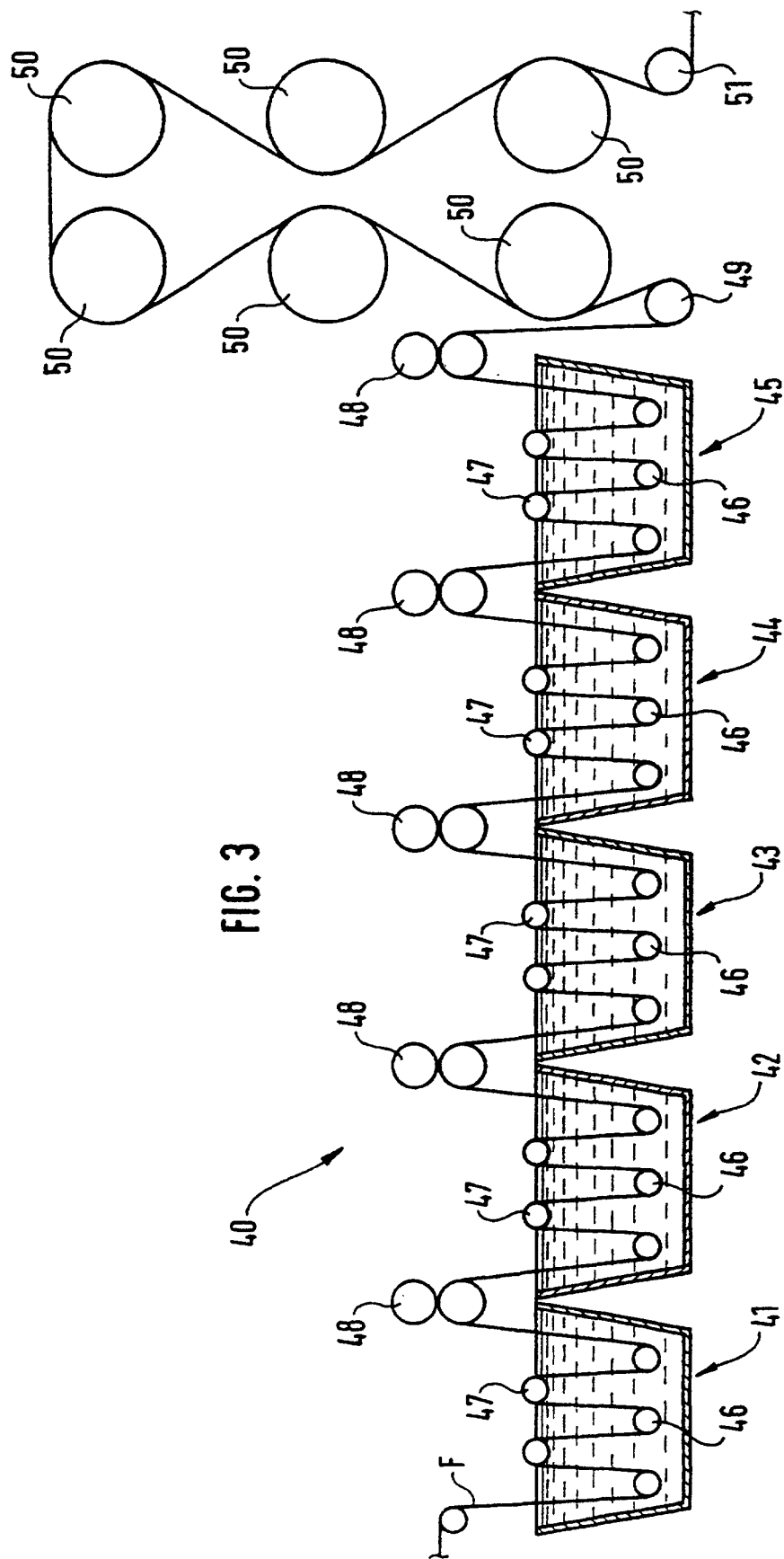


FIG. 4

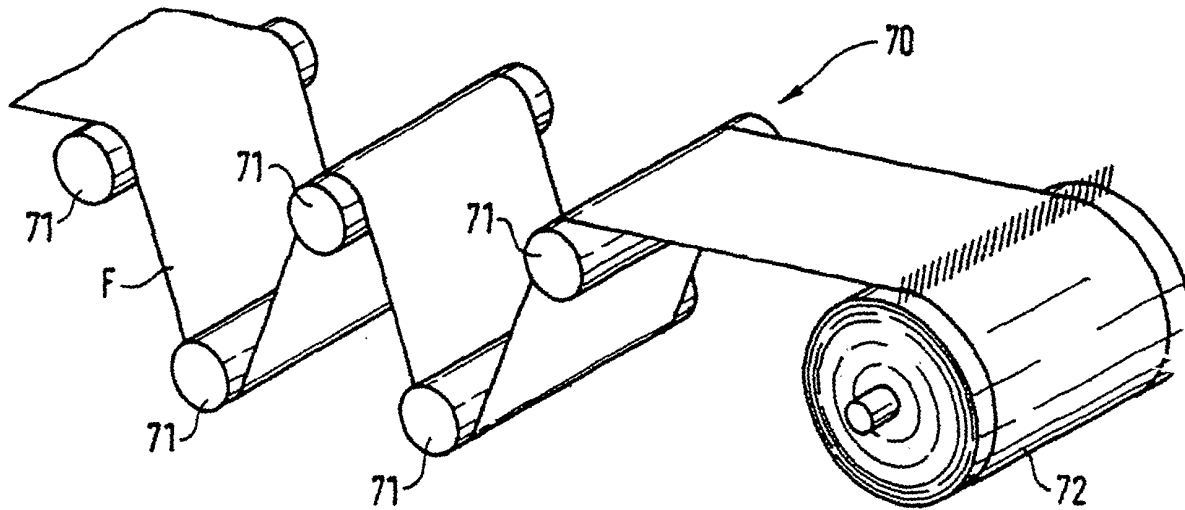
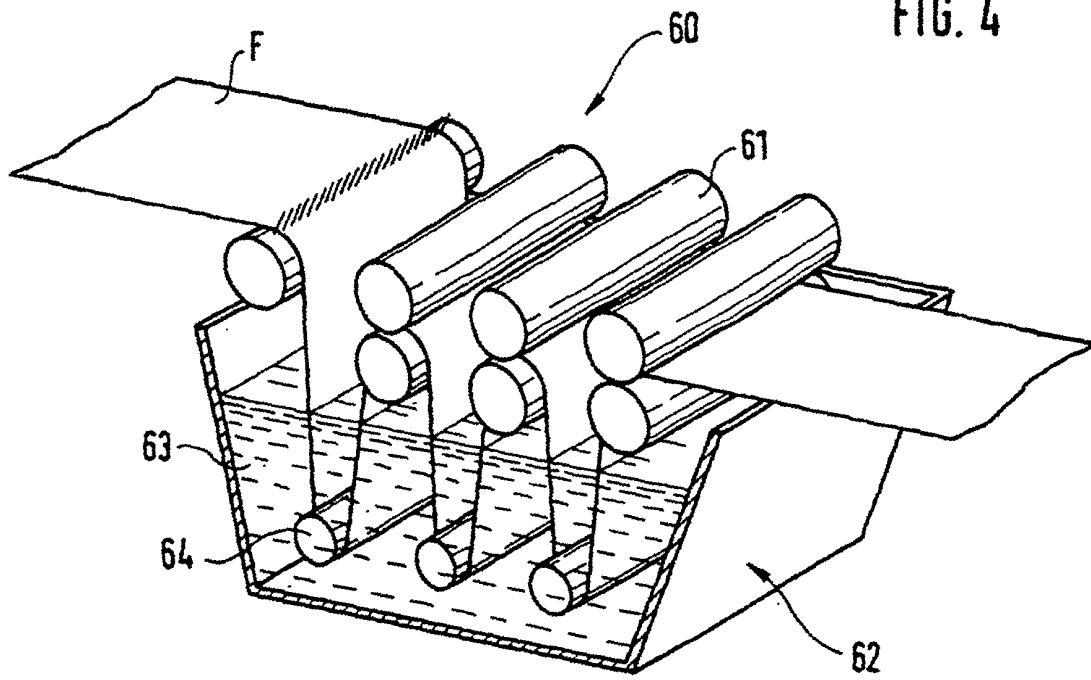


FIG. 5