

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

**EP 1 498 540 A1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:  
**19.01.2005 Patentblatt 2005/03**

(51) Int Cl. 7: **D06P 3/60, D06P 1/22**

(21) Anmeldenummer: **04015732.3**

(22) Anmeldetag: **03.07.2004**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR  
HU IE IT LI LU MC NL PL PT RO SE SI SK TR**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**AL HR LT LV MK**

(30) Priorität: **15.07.2003 DE 10332165**

(71) Anmelder: **DyStar Textilfarben GmbH & Co.  
Deutschland KG  
65926 Frankfurt am Main (DE)**

(72) Erfinder:

- **Schrott, Wolfgang, Dr.  
67059 Ludwigshafen (DE)**
- **Sütsch, Franz  
67127 Rödersheim-Gronau (DE)**
- **Bock, Alexander  
64293 Darmstadt (DE)**

(54) **Verfahren zur Durchfärbung von Baumwollkettgarnen mit Indigo**

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Durchfärbung von Baumwollkettgarnen mit Indigo in einer Indigo-Färbeanlagen, dadurch gekennzeichnet, dass bei einer Färbetemperatur von 30 bis 90°C und einer Indigo-Konzentration von 10 - 60 g/l in einem Zug gefärbt wird.

**Beschreibung**

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Durchfärbung von Baumwollkettgarnen mit Indigo, sowie derart gefärbte Baumwollkettgarne enthaltende Textilartikel.

5 [0002] Als Denim wird ein relativ grobes Baumwollgewebe bezeichnet, das ursprünglich für strapazierfähige Arbeitskleidung, heute aber besonders zur Herstellung modischer Jeansartikel verwendet wird. Die zur Herstellung von Denim benötigten Kettgarne können mit Indigo, aber auch mit Schwefelfarbstoffen, insbesondere Schwefelschwarz, gefärbt werden, wobei die Blaufärbung mit Indigo weit überwiegt.

10 [0003] Traditionell wird das Kettgarn als Kabel oder Kettgarnschar mit Indigo auf speziellen Färbeanlagen gefärbt, die aus einer Kombination von einem oder mehreren Trögen mit Quetschwerk und anschließendem Luftgang bestehen. In den Trögen wird der reduzierte Farbstoff appliziert und im Luftgang oxidiert (siehe beispielsweise Technische Information TI/T 017 d der BASF AG vom Juni 1995, Titel: Kontinuierliches Färben mit Indigo).

15 [0004] Üblicherweise wird die Färbung in einem Färbebad bei Raumtemperatur oder leicht erhöhten Temperaturen von etwa 20 - 35°C, einem pH-Wert von etwa 10,5 bis 14 und einer Indigokonzentration von etwa 0,5 bis 10 g/l durchgeführt. Daneben können auch Netzmittel in einer Konzentration von etwa 0,1 bis 5 g/l eingesetzt werden. Zur Aufrechterhaltung eines Redoxpotentials im Färbebad wird ein Überschuss von Hydrosulfit (Reduktionsmittel) in Mengen von etwa 0,1 bis 5 g/l eingesetzt. Die Kontaktzeit des Garnes mit dem Färbebad beträgt pro Zug in der Regel 8 bis 30 Sekunden. Das Färben in mehreren Zügen, d.h. das wiederholte Applizieren von Farbstoff aus dem Färbebad durch Tauchen mit anschließendem Abquetschen im Färbetrog und dem darauffolgenden Luftgang, erlaubt die Erzielung 20 größerer Farbtiefe (siehe zum Beispiel ITB Veredlung 2/90, Titel: Indigo-Färberei: Verfahrens- und maschinentechnische Lösungen, Autor: Dipl. Ing. L. Haas).

25 [0005] Die deutsche Patentanmeldung DE 196 29 985 beschreibt das Färben mit einem Zug, in welchem zur Überwindung des geringen Aufziehvermögens von Indigo dem Färbebad zusätzlich Salz in Form von Natriumchlorid zugegeben wird, um eine Elektrolytkonzentration von 200 bis 350 g/l einzustellen.

30 [0006] Nach all diesen Verfahren wird eine sogenannte Ringfärbung erhalten, d.h. die Faser ist nur an der Oberfläche angefärbt, wogegen das Innere der Faser, der Kern, ungefärbt bleibt. Die Ringfärbung erlaubt es, fertig konfektionierten Denimartikel in besonderen Wasch- und/oder Bleichverfahren ein kontrastreiches Aussehen zu geben, in dem eine Aufhellung der anfangs dunkelblau gefärbten Ware erzielt wird (wash-down). Als Beispiel sei der bekannte Stone-wash Effekt genannt, der durch Waschen des konfektionierten Artikels mit Enzymen und Bimssteinen erzielt wird.

35 [0007] Es ist allerdings bereits heute erkennbar, dass künftig von der Jeansmode verlangte Effekte nicht mehr nur mit ringgefärbtem Denim erzielt werden können. Vielmehr müssen zur Erfüllung dieser Anforderungen kerngefärbte Kettgarne für die Entwicklung neuer Artikel zur Verfügung stehen.

[0008] Entsprechende Färbeverfahren müssen kostengünstig sein, d.h. sie sollten dem Färber keinen zusätzlichen apparativen und technischen Aufwand abverlangen, sondern einfach und idealer Weise in seinem bestehenden Färbemaschinenpark durchführbar sein.

[0009] Mit vorliegender Erfindung wird nun ein solches Verfahren zur Verfügung gestellt.

[0010] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Durchfärbung von Baumwollkettgarnen mit Indigo in einer Indigo-Färbeanlage, dadurch gekennzeichnet, dass bei einer Färbe temperatur von 30 bis 90°C und einer Indigo-Konzentration von 5 - 500 g/l in einem Zug gefärbt wird.

40 [0011] Unter Indigo-Färbeanlagen werden im Rahmen vorliegender Erfindung Anlagen verstanden, die aus einem oder einer Kombination von mehreren Fär betrögen mit Quetschwerk und anschließenden Luftgängen bestehen (siehe zum Beispiel ITB Veredlung 2/90, Titel: Indigo-Färberei: Verfahrens- und maschinentechnische Lösungen, Autor: Dipl. Ing. L. Haas).

45 [0012] Als Indigo kann jeder handelsübliche Indigo verwendet werden. Er wird bevorzugt in Mengen von 5 - 500 g/l, besonders bevorzugt in Mengen von 10 bis 50 g/l eingesetzt.

50 [0013] Es ist besonders vorteilhaft, das erfindungsgemäße Verfahren mit vorreduziertem Indigo durchzuführen. Dabei wird idealer Weise vorreduzierter Indigo verwendet, der ohne Verwendung von Reduktionsmittel, wie etwa Natriumtdithionit, sondern durch katalytische Hydrierung aus Indigo hergestellt worden ist. Ganz besonders vorteilhaft wird Indigo in Form einer Lösung von Leukoindigo eingesetzt, wie sie beispielsweise in der EP 1 097 184 B1 beschrieben ist und von der Firma DyStar Textilfarben GmbH & Co. Deutschland KG im Markt angeboten wird.

55 [0014] Zur Stabilisierung des Leukoindigo, d.h. zur Rückreduktion von im Färbebad oxidiertem Leukoindigo wird bevorzugt ein Überschuss an Hydrosulfit von 0,1 bis 5 g/l, besonders bevorzugt 0,2 bis 2 g/l eingesetzt. Selbstverständlich können anstelle des Hydrosulfits auch andere geeignete Reduktionsmittel, beispielsweise Glukose oder Hydroxyaceton, oder aber Kombinationen verschiedener Reduktionsmittel wie Glukose/Hydrosulfit verwendet werden.

[0015] Das erfindungsgemäße Verfahren wird bevorzugt bei einer Temperatur von 30 - 90°C durchgeführt, wobei Temperaturen von 50 bis 70 °C besonders bevorzugt sind.

[0016] Das erfindungsgemäße Verfahren kann mit und ohne Netzmittel durchgeführt werden, bevorzugt wird es jedoch in Gegenwart eines Netzmittels durchgeführt. Geeignete Netzmittel sind beispielsweise anionische Netzmittel,

zum Beispiel Fettalkoholethoxylat, Alkansulfonat, Sulfosuccinat, Alkylphosphat oder Paraffine und Kohlenwasserstoffe oder auch Mischungen dieser Netzmittel, ganz besonders bevorzugt kommen Salze von Phosphorsäureester zum Einsatz.

5 [0017] Die genannten Netzmittel werden bevorzugt in Mengen von 5 bis 50 g/l, besonders bevorzugt 10 bis 25g/l eingesetzt.

[0018] Der pH-Wert des Färbebades liegt beim erfindungsgemäßen Verfahren bevorzugt im Bereich von 10,5 bis 13,5.

10 [0019] Das erfindungsgemäße Verfahren führt überraschenderweise bereits in einem Zug zu durchgefärbten, d.h. auch im Kern gefärbten, Garnen. Dabei beträgt die Kontaktzeit mit dem Färbebad bevorzugt 8 bis 30 Sekunden, besonders bevorzugt 15 bis 20 Sekunden. Der anschließende Luftgang dauert bevorzugt 90 bis 130 Sekunden, besonders bevorzugt 100 bis 110 Sekunden.

15 [0020] Es ist für den Färber besonders vorteilhaft, dass das erfindungsgemäße Verfahren nach nur einem Zug beendet ist. Dadurch hat er nämlich die Option, in den weiteren, zum Färben nicht benötigten Fär betrögen seiner Indigo-Färbeanlage, das gefärbte Baumwollkettgarn weiteren Behandlungsschritten zu unterwerfen. Alternativ hat er natürlich auch die Möglichkeit, wirtschaftlichere Kleinanlagen zu realisieren.

20 [0021] Das erfindungsgemäße Verfahren ist besonders deshalb überraschend, weil es aufgrund der Eigenschaften von Indigo nicht zu erwarten war, dass der Einsatz hoher Indigo-Mengen zu einem färberisch zufriedenstellenden Ergebnis führt. Vielmehr war man bisher davon ausgegangen, dass die großen Indigofärbeanlagen des Standes der Technik zu diesem Zweck unverzichtbar seien.

25 [0022] Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren im Kern gefärbten Baumwollkettgarne können weiteren Behandlungsschritten zur Erzielung bestimmter Effekte unterworfen und sodann in üblicher und bekannter Weise verwoben und zu Textilartikeln für den Endverbraucher, wie insbesondere Bekleidungsstücken, verarbeitet werden.

30 [0023] Es ist aber auch möglich, die gefärbten Baumwollkettgarne ohne weitere Behandlung zu Textilartikeln zu verarbeiten und gegebenenfalls erst dann weitere Behandlungsschritte vorzunehmen, das heißt die bereits konfektionierte Ware zu modifizieren.

35 [0024] Selbstverständlich ist es ebenso möglich, sowohl die gefärbten Baumwollkettgarne, als auch die daraus hergestellten Textilartikel weiteren Behandlungsschritten zu unterwerfen.

40 [0025] Selbstverständlich können die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren gefärbten Baumwollkettgarne auch in Mischung mit weiteren Materialien verwoben und zu Artikeln für den Endverbraucher weiterverarbeitet werden. Als Beispiel seien Mischungen mit Elasthan genannt.

45 [0026] Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind auch Textilartikel, die Baumwollkettgarne enthalten, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren gefärbt sind. Solche Textilartikel sind beispielsweise unkonfektionierte Denimgewebe, insbesondere aber Bekleidungsstücke wie Hosen, Röcke, Hemden, Jacken usw. oder andere textile Artikel.

50 [0027] Die nachstehenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung. Die Teile in den Tabellenbeispielen sind Gewichtsteile.

#### Beispiel 1

40 [0028] Ein handelsübliches, nicht vorbehandeltes trockenes Baumwollkettgarn wurde aus einer Färbeflotte folgender Zusammensetzung gefärbt:

20 g/l Indigo als handelsübliche DyStar Indigoküpe 40% Lösung

2 g/l Hydrosulfit (BASF Hydrosulfit konz.)

20 g/l Netzmittel (Primasol NF)

45 Der pH-Wert der Flotte betrug 13.

[0029] Das Garn wurde bei einer Temperatur von 50°C in einer Tauchzeit von 25 Sekunden gefärbt. Der anschließende Luftgang dauerte 120 Sekunden.

[0030] Anschließend wurde zweimal bei 20°C mit Wasser gespült.

50 [0031] Es wurde ein durchgefärbtes Garn mit einer hohen Menge an aufgebrachtem Indigo erhalten. Eine Farbstoffanalyse auf dem gefärbten Garn ergab eine Menge von 5,8%.

#### Beispiel 2

55 [0032] Ein handelsübliches, nicht vorbehandeltes trockenes Baumwollkettgarn (Garn; 8,5 Ne, Anzahl Kabel: 24) wurde aus einer Färbeflotte folgender Zusammensetzung gefärbt:

25 g/l Indigo als handelsübliche DyStar Indigoküpe 40% Lösung

5 g/l Hydrosulfit (BASF Hydrosulfit konz.)  
 25 g/l Netzmittel (Primasol NF)

- 5 [0033] Der pH-Wert der Flotte betrug 12,6.
- [0034] Das Garn wurde bei einer Temperatur von 60°C in einer Tauchzeit von 10 Sekunden gefärbt. Der anschließende Luftgang dauerte 120 Sekunden. Der Garndurchsatz betrug 12,61 kg/min.
- [0035] Anschließend wurde zweimal bei 20°C mit Wasser gespült.
- [0036] Es wurde ein durchgefärbtes Garn mit einer hohen Menge an aufgebrachtem Indigo erhalten. Eine Farbstoffanalyse auf dem gefärbten Garn ergab eine Menge von 6%.
- 10 [0037] Die nachfolgenden Tabellenbeispiele beschreiben weitere Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens. Sie werden analog zu den obengenannten Beispielen 1 und 2 durchgeführt. Man erhält stets ein durchgefärbtes Garn mit einer hohen Menge an aufgebrachtem Indigo.

Produkt	Beispiel 3	Beispiel 4	Beispiel 5	Beispiel 6	Beispiel 7	Beispiel 8
DyStar Indigoküpe 40% Lösung	100			450	200	120
DyStar Indigoküpe 60% Körner		35				
DyStar Indigo Granulat			80			
Hydrosulfit konz. (BASF)	5		70		1	10
Glukose		10	20		20	2
Fettalkoholethoxylat und Alkansulfonat		10				
Sulfosuccinat						
Paraffine, Kohlenwasserstoffe und Fettalkoholethoxylat			30			
Alkylphosphat	20				20	10
Fettalkoholethoxylat und Alkylphosphate						
pH-Wert	13	11,8	12,8	13	12,4	11,0
Temperatur (°C)	50	80	90	70	50	70
Zahl der Züge	1	1	1	1	1	1

#### Patentansprüche

- 40 1. Verfahren zur Durchfärbung von Baumwollkettgarnen mit Indigo in einer Indigo-Färbeanlagen, **dadurch gekennzeichnet, dass** bei einer Färbetemperatur von 30 bis 90°C und einer Indigo-Konzentration von 5 - 500 g/l in einem Zug gefärbt wird.
- 45 2. Verfahren gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** Indigo in Form einer Lösung von Leukoindigo eingesetzt wird.
3. Verfahren gemäß Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, das der Leukoindigo durch katalytische Hydrierung aus Indigo hergestellt worden ist.
- 50 4. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** es in Gegenwart eines Netzmittels durchgeführt wird.
- 55 5. Verfahren gemäß Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Netzmittel in Mengen von 5 bis 50 g/l, besonders bevorzugt 10 bis 25 g/l, eingesetzt wird.
6. Textilartikel, **dadurch gekennzeichnet, dass** er Baumwollkettgarne enthält, die nach dem Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5 gefärbt ist.



Europäisches  
Patentamt

## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung  
EP 04 01 5732

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE									
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrift Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)						
X	US 4 342 565 A (HANCE MAX H ET AL) 3. August 1982 (1982-08-03) * Spalte 2, Zeile 38 - Spalte 4, Zeile 21 * * Spalte 4, Zeile 50 - Spalte 5, Zeile 34 * * Spalte 6, Zeile 5 - Zeile 8 * * das ganze Dokument * -----	1,2,4-6 3	D06P3/60 D06P1/22						
X	US 4 283 194 A (TEAGUE EDWARD W ET AL) 11. August 1981 (1981-08-11) * Ansprüche * -----	1,2,4-6							
X	US 3 457 022 A (FIELDS JESSE M) 22. Juli 1969 (1969-07-22) * Spalte 2, Zeile 12 - Zeile 16 * * Spalte 4, Zeile 9 - Zeile 31 * -----	1,2,4-6							
D, Y	EP 1 097 184 B (BASF AG) 9. Mai 2001 (2001-05-09) * das ganze Dokument * -----	3	RECHERCHIERTE SACHGEBiete (Int.Cl.7) D06P						
<p>Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%;">Recherchenort</td> <td style="width: 33%;">Abschlußdatum der Recherche</td> <td style="width: 34%;">Prüfer</td> </tr> <tr> <td>München</td> <td>8. November 2004</td> <td>Koegler-Hoffmann, S</td> </tr> </table> <p>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</p> <p>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet    Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie    A : technologischer Hintergrund    O : nichtschriftliche Offenbarung    P : Zwischenliteratur</p> <p>T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze    E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldeatum veröffentlicht worden ist    D : in der Anmeldung angeführtes Dokument    L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument    .....    &amp; : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</p>				Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	München	8. November 2004	Koegler-Hoffmann, S
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer							
München	8. November 2004	Koegler-Hoffmann, S							

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT  
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 04 01 5732

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

08-11-2004

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
US 4342565	A	03-08-1982	US	4283194 A		11-08-1981
US 4283194	A	11-08-1981	US	4342565 A		03-08-1982
US 3457022	A	22-07-1969		KEINE		
EP 1097184	B	09-05-2001	DE	19831291 A1		20-01-2000
			AT	215115 T		15-04-2002
			AU	764125 B2		14-08-2003
			AU	4905099 A		07-02-2000
			BR	9912045 A		03-04-2001
			CA	2336643 A1		27-01-2000
			CN	1143880 C		31-03-2004
			DE	59901082 D1		02-05-2002
			DK	1097184 T3		01-07-2002
			EA	2664 B1		29-08-2002
			WO	0004100 A1		27-01-2000
			EP	1097184 A1		09-05-2001
			ES	2175998 T3		16-11-2002
			ID	27156 A		08-03-2001
			JP	2002520469 T		09-07-2002
			PL	345865 A1		14-01-2002
			PT	1097184 T		30-09-2002
			SK	20202000 A3		11-09-2001
			TR	200100046 T2		21-06-2001
			TW	444049 B		01-07-2001
			US	6428581 B1		06-08-2002
			ZA	200101170 A		13-05-2002