



(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
04.05.2005 Patentblatt 2005/18

(51) Int Cl.7: **D06P 1/667, D06P 1/62**

(21) Anmeldenummer: **03025096.3**

(22) Anmeldetag: **03.11.2003**

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

- **Höhn, Wolfgang**
82515 Wolfratshausen (DE)
- **Franz, Petra**
82549 Königsdorf (DE)
- **Weich, Gerhard**
83671 Benediktbeuern (DE)

(71) Anmelder: **Dr. Th. Böhme KG**
Chem. Fabrik GmbH & Co.
82527 Geretsried (DE)

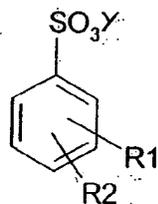
(74) Vertreter: **Störle, Christian, Dr. et al**
Geyer, Fehners & Partner,
Perhamerstrasse 31
80687 München (DE)

(72) Erfinder:
• **Rehn, Susanne, Dr.**
80636 München (DE)

(54) **Färbereihilfsmittel**

(57) Beschrieben werden Zusammensetzungen, die als Färbereihilfsmittel geeignet sind, umfassend

a) 5 Gew.-% bis 20 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, einer aromatischen Nitroverbindung der Formel (1)

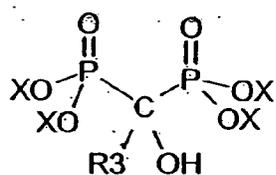


(1).

in der

Y für H, Alkali- und Ammoniumion;
R1 für NO₂, das sich in o-, m- oder p-Stellung zur SO₃Y-Gruppe befindet, und
R2 für H, C1-C4-Alkyl und C1- und C4-Alkoxy stehen, und

b) 1,8 Gew.-% bis 10 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, Phosphonat der Formel (2)



in der

X unabhängig voneinander für H, Alkali- und Ammoniumion und
 R3 für C₁-C₄-Alkyl stehen.

Ferner werden Verfahren zur Herstellung dieser Zusammensetzung und deren Verwendung als Färbereihilfsmittel beschrieben.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf eine Zusammensetzung, die als Färbereihilfsmittel geeignet ist, ein Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung beim Färben von Fasern.

[0002] Die Chromophore der meisten Textilfarbstoffe sind während des Färbens gegenüber chemischen und physikalischen Störgrößen empfindlich. Wenn diese Störgrößen eine bestimmte Konzentration bzw. Intensität überschreiten, dann wird das Chromophor geschädigt, d.h. es wird partiell abgebaut. Die Auswirkung des Chromophorabbaus nimmt in der Regel mit abnehmender Farbtiefe bzw. abnehmender Farbstoffkonzentration zu.

[0003] Der Chromophorabbau geht in der Regel einher mit Farbtonveränderung, Unequalität und Reproduktionsproblemen sowie mit Farbechtheitsbeeinträchtigungen, die mehr oder weniger ausgeprägt sein können. Besonders empfindlich gegen solche Störeinflüsse sind Azofarbstoffe und viele basische Farbstoffe. Bei Azofarbstoffen tritt hier in erster Linie eine (partielle) Aufspaltung der Azogruppe in Aminogruppen und somit Chromophorspaltung mit der Konsequenz einer hypo- und hypsochromen Farbverschiebung auf.

[0004] Dabei nimmt die Empfindlichkeit mit steigendem pH-Wert, zunehmender Temperatur und Färbezeit zu. Entsprechend sind insbesondere Cellulose-Reaktivfärbungen (Färbungen von Baumwollfasern, Bastfasern (wie Leinen, Flachs, Hanf, Jute, etc.) Regeneratcellulosefasern (wie Viskose, Modal, Polynosic, Lyocell, Cupro, etc.), HT -(Hochtemperatur)-Färbungen von PES (Polyester) und deren Mischungen sowie allgemein PAN(Polyacrylnitril)-Färbungen sensitiv. Bei den Cellulose-Färbungen sind wiederum die regenerierten Fasern kritischer als native Fasern, bei den PES-Färbungen jene im alkalischen pH-Bereich gefährdeter als die im sauren.

[0005] Bereits seit längerem ist bekannt, dass für diesen unerwünschten partiellen Chromophor-Abbau überwiegend reduktive Einflüsse verantwortlich sind. Diese werden verursacht durch beispielsweise Aldehydendgruppen der Cellulose-Fasern, nicht entfernte Pektinate und Hemicellulosen (Rohfärbung von Baumwolle und Leinen), reduktive funktionelle Gruppen bei den keratinischen Fasern (z.B. Cystein), reduktive funktionelle Gruppen von Schlichtemittelresten (z.B. Aldehydgruppen aus Polysaccharid-Schlichten), Eisen-II-Ionen (z.B. aus Betriebswasser oder Warenaufgabe aus der Vorbehandlung) oder sonstige eingeschleppte Reduktionsmittelreste aus Direktampf.

[0006] Dazu kommen noch andere Störgrößen, die ebenso von Schwermetallspuren im Betriebswasser herrühren, z.B. Abspaltung von Halogensubstituenten des Chromophors durch Kupfer-Ionen oder Ausfällungserscheinungen des gesamten Farbstoffmoleküls durch Eisen-, Mn-, Erdalkali- und Silikationen, insbesondere im alkalischen Medium.

[0007] Die Dehalogenierungsgefahr steigt ebenso wie die beschriebene Reduktionsgefahr mit abnehmender Farbstoffkonzentration (Farbtiefe); bei den Ausfällungserscheinungen verhält es sich in der Regel umgekehrt.

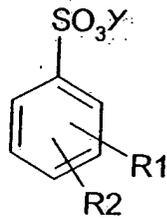
[0008] Gegen die reduktiven Erscheinungen gibt es bereits seit langem Produkte auf Basis von festem oder gelöstem Na-m-Nitrobenzolsulfonat sowie auf Basis von Erdalkaliiodat-NTA-Lösungen (NTA = Nitritotriacetat), z.B. Kaliumiodat-NTA-Lösungen. Die festen, in der Regel granulierten Na-m-Nitrobenzolsulfonate bereiten Probleme beim Dosieren, die flüssigen Alternativen weisen eine relativ schwache Wirkung auf, da ihre Konzentration löslichkeitsbedingt auf 20-25% beschränkt ist. Selbst bei dieser Konzentration tritt im Laufe der Zeit Kristallisation ein, so dass die Stabilität fraglich ist. Die Kaliumiodat-NTA-Lösungen haben den ökologischen Nachteil des AOX-Eintrages (AOX = adsorbierbare organische Halogenverbindungen) und ferner sind sie fast ausschließlich für den Reduktionsschutz basischer Farbstoffe geeignet. Bei Reaktivfarbstoffen kann das Oxidationspotential der Produkte, wenigstens beim Heißfärben, bereits kritisch sein und zu einer Chromophorzerstörung beitragen. Selbiges gilt für deren Anwendung bei PES.

[0009] Gegen Schwermetalleinflüsse sind schwermetallsequestrierende Produkte im Färbebad zwar Stand der Technik; sie sind aber in der Regel kritisch bei metallhaltigen Farbstoffen mit geringer Komplexbildungskonstante. Nur wenige Ausnahmen, z.B. Gluconsäuren und -salze, Zitronensäure und -salze, Polyasparaginsäure und -salze, bestimmte Phosphonsäuren und -salze, sind hierzu beschrieben. Außerdem ist ihre Wirkung relativ schwach gegenüber entmetallisierenden Komplexbildnern mit deutlich höherer Komplexbildungskonstante (z.B. NTA). Daneben verhindern sie nur reduktive Einflüsse durch Eisen(II) nicht aber durch andere organische oder anorganische funktionelle Gruppen im Färbebad, wie sie oben beschrieben sind.

[0010] Der vorliegenden Erfindung liegt somit die Aufgabe zugrunde, eine Zusammensetzung, die als Färbereihilfsmittel eingesetzt werden kann, bereitzustellen, mit dem die vorstehend angesprochenen Verkochungserscheinungen von Farbstoffen während des Färbens verringert bzw. weitestgehend vermieden werden, ohne die Nachteile der aus dem Stand der Technik bisher eingesetzten Zusammensetzungen aufzuweisen.

[0011] Erfindungsgemäß wird dies durch eine Zusammensetzung erreicht, die umfaßt

- a) 5 Gew.-% bis 20 Gew.-%, insbesondere etwa 10 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, einer aromatischen Nitroverbindungen der Formel (1)



(1).

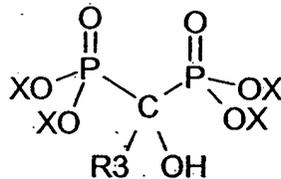
in der

Y für H, Alkali-Ion, insbesondere K^+ und Na^+ ; und Ammoniumion;

R1 für NO_2 , das sich in o-, m- oder p-Stellung zur SO_3Y -Gruppe befindet, und

R2 für H, C1-C4-Alkyl und C1- und C4-Alkoxy stehen, wobei R2 in beliebiger Stellung zu den übrigen Substituenten angeordnet sein kann, und

b) 1,8 Gew.-% bis 10 Gew.-%, insbesondere etwa 6 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, Phosphonat der Formel (2)



(2).

in der

X unabhängig voneinander für H, Alkali-Ion, insbesondere K^+ und Na^+ , und Ammoniumion und R3 für C1-C4-Alkyl stehen.

[0012] Bei der erfindungsgemäßen Zusammensetzung kann es sich günstigerweise um eine wäßrige Lösung handeln. Die aromatische Nitroverbindung und das Phosphonat sind in Wasser gelöst.

[0013] Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass wässrige, niederkonzentrierte (bezogen auf die aromatische Nitroverbindung in einer Konzentration von 20 Gew.% oder deutlich weniger in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung) Lösungen der organischen, wasserlöslichen aromatischen Nitroverbindung (gemäß Formel (1)) in Kombination mit einem spezifischen Phosphonat gemäß (gemäß Formel (2)) die genannten Einzelwirkungen und Vorteile der vorbezeichneten, bisher einzeln verwendeten Verbindungen vereint und zugleich deren aufgeführte Nachteile nicht aufweist (qualitativer Synergismus). Insbesondere lässt sich bei der erfindungsgemäßen Zusammensetzung nicht nur ein qualitativer sondern auch ein quantitativer Synergismus feststellen, da selbst bei sehr geringen Konzentrationen der beiden einzelnen Wirkstoffe in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung noch signifikante, den bisher bekannten, normalkonzentrierten Produkten vergleichbare Effekte hinsichtlich Farbstoffschutz möglich sind. Die Verwendung der erfindungsgemäßen Zusammensetzung bedeutet für den Anwender somit bei der Färbung erhöhte Betriebssicherheit mit minimalem Kostenaufwand. Dabei ist auch die Universalität der erfindungsgemäßen Zusammensetzung im Hinblick auf Farbstoff und Färbeverfahren besonders vorteilhaft, d.h. die erfindungsgemäße Zusammensetzung kann bei einer Vielzahl von verschiedensten Farbstoffen und in vielen unterschiedlichen Färbeverfahren eingesetzt werden.

[0014] Durch die gute Löslichkeit der einzelnen Komponenten der erfindungsgemäßen Zusammensetzung lassen sich entsprechende Abmischungen schnell und kostengünstig produzieren. Ein Auskristallisieren der aromatischen Nitroverbindung und/oder des Phosphonats wurde nicht festgestellt, dies wirkt sich positiv auf die Lager- und Gebrauchseigenschaften sowie die Wirksamkeit der erfindungsgemäßen Zusammensetzung aus.

[0015] Die erfindungsgemäße Zusammensetzung kann mehrere, voneinander verschiedene organische Nitroverbindungen enthalten. Sie kann ebenfalls mehrere, voneinander verschiedene Phosphonate aufweisen.

[0016] In einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Zusammensetzung ist die organische Nitroverbindung ein Nitrobenzolsulfonsäure-Alkalisalz, vorzugsweise Natrium-m-Nitrobenzolsulfonat, oder eine Mischung mehrerer, voneinander verschiedener Nitrobenzolsulfonsäure-Alkalisalze, vorzugsweise eine Mischung von etwa 90%

Natrium-m-Nitrobenzolsulfonat, etwa 5% Natrium-o-Nitrobenzolsulfonat und etwa 5% Natrium-p-Nitrobenzolsulfonat. Diese Nitrobenzolsulfonate haben sich hinsichtlich der Wirkung der erfindungsgemäßen Zusammensetzung als Färbereihilfsmittel, insbesondere zur Verringerung von Verkochungserscheinungen von Farbstoffen während des Färbens, als besonders günstig erwiesen. Ferner werden die vorstehend geschilderten Vorteile der erfindungsgemäßen Zusammensetzung durch diese bevorzugten aromatischen Nitroverbindungen in besonders günstiger Weise erhalten.

[0017] In einer anderen bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Zusammensetzung steht beim Phosphonat der Formel (2) R3 für CH_3 . Der Einsatz dieses Phosphonats hat sich als besonders günstig erwiesen, da die erfindungsgemäße Zusammensetzung als Färbereihilfsmittel, insbesondere zur Verringerung bzw. möglichst weitgehende Verhinderung von Verkochungserscheinungen von Farbstoffen während des Färbens besonders wirksam ist. Ferner werden die vorstehend geschilderten Vorteile der erfindungsgemäßen Zusammensetzung mit diesem bevorzugten Phosphonat in besonders günstiger Weise erreicht.

[0018] Wie bereits vorstehend ausgeführt wurde, kann die erfindungsgemäße Zusammensetzung in Form einer wäßrigen Lösung vorliegen, wobei Wasser als Lösungsmittel dient und darin die aromatische Nitroverbindung und das Phosphonat gelöst sind. Vorzugsweise weist die erfindungsgemäße Zusammensetzung dann einen pH-Wert von 6,0 bis 7,5, insbesondere etwa 6,7, auf. Die Einstellung des pH-Wertes auf diese bevorzugten Werte erfolgt, abhängig vom Ausgangs-pH-Wert, durch Zugabe einer Säure oder Base, wobei sich im letzten Fall Ammoniak als besonders günstig erwiesen hat. Es kann in Form einer wäßrigen Lösung eingesetzt werden. Dadurch können Ammoniumionen, die in der aromatischen Nitroverbindung und dem Phosphonat vorliegen können, eingebracht werden.

[0019] Die aromatische Nitroverbindung und das Phosphonat, wie sie vorstehend beschrieben sind, sind in der Formeln (1) und (2) so angegeben, wie sie beispielsweise bei der Herstellung der erfindungsgemäßen Zusammensetzung eingesetzt werden. Es versteht sich von selbst, daß in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung Deprotonierungsreaktionen erfolgen können z.B. bei der vorstehend geschilderten pH-Werteinstellung, oder die Salze in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung in dissoziierter Form vorliegen, wenn z.B. die aromatische Nitroverbindung und/oder das Phosphonat jeweils als Salz eingesetzt werden.

[0020] Erfindungsgemäß wird ferner ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Zusammensetzung beschrieben, bei dem die aromatische Nitroverbindung, wie sie vorstehend beschrieben ist, und das Phosphonat, wie es ebenfalls vorstehend beschrieben ist, in Wasser gelöst werden. Durch dieses Verfahren wird die erfindungsgemäße Zusammensetzung in einfacher, schneller und kostengünstiger Weise erhalten.

[0021] Beispielsweise kann Hydroxyethandiphosphonsäure in Mischung mit Lauge, bevorzugt mit Ammoniak (Hydroxyethandiphosphonsäure-Ammoniumsalz) im Mischungsverhältnis 65-85:35-15, bevorzugt etwa 75:25, eingesetzt werden. Diese Mischung kann mit 1,8 Gew. % bis 10 Gew. %, bevorzugt mit etwa 6 Gew. %, bezogen auf die erfindungsgemäße Zusammensetzung, Hydroxyethandiphosphonsäure und 0,3 Gew. % bis 5,5 Gew. %, bevorzugt etwa 1,9 Gew. % Ammoniak in der erfindungsgemäßen Zusammensetzung zur Anwendung kommen. Hydroxyethandiphosphonsäure kann dabei in 40%iger bis 65%iger, bevorzugt etwa 60%iger, wässriger Lösung eingesetzt werden. Ammoniak kann in 10%iger bis 25%iger, bevorzugt in etwa 25%iger wässriger Lösung verwendet werden. Bei Kombination der sauren und basischen Bestandteile der Mischung kann ein pH-Wert von 6,0 bis 7,5, bevorzugt etwa 6,7 der erfindungsgemäßen Zusammensetzung eingestellt werden.

[0022] Wie bereits vorstehend ausgeführt wurde, eignet sich die erfindungsgemäße Zusammensetzung bestens als Färbereihilfsmittel, insbesondere zur Verringerung von Verkochungs- und Ausfällungserscheinungen von Farbstoffen während des Färbens.

[0023] Dabei kann die erfindungsgemäße Zusammensetzung dem Färbebad in Mengen von 0,5 g/l bis 10 g/l, bevorzugt 1,5-3 g/l in diskontinuierlichen Verfahren (Ausziehverfahren) und 3-5 g/l in kontinuierlichen Verfahren (Klotz- bzw. Foulardverfahren), zugegeben werden.

[0024] Die erfindungsmäßig relevanten Färbeverfahren sind alle textilen Färbungen aller färbbaren Faserarten mit allen in Frage kommenden Farbstoffklassen und nach allen dis-, semi- und vollkontinuierlichen Färbeverfahren nach dem Stand der Technik. Hauptbedeutung besteht naturgemäß für die

- semikontinuierliche Pad-Roll-Färbung von Cellulosefasern mit reduktionsmittelempfindlichen Substantivfarbstoffen, und
- diskontinuierliche und kontinuierliche (Pad-Steam) Reaktivfärbung von Cellulosefasern;
- diskontinuierliche Reaktivfärbung von Cel ist insbesondere wiederum die Heißfärbung, d.h. die Fixierung bei Temperaturen größer gleich 70 °C relevant (insbesondere ist dies für mittel- bis wenigreaktante Reaktivfarbstoffe, "Heißfärber", vorzugsweise auf Monochlortriazin-Basis der Fall), besonders kritisch sind hier bekanntermaßen Zellulose regeneratfasern;
- diskontinuierliche PES-HT-Färbung, im Sauren und noch mehr im Alkalischen, insbesondere bei Verwendung von Azo-Dispersfarbstoffen;
- diskontinuierliche und kontinuierliche Färbung von PAN und dessen Mischungen, insbesondere mit Cellulosefasern mit reduktionsmittelempfindlichen basischen (kationischen) Farbstoffen.

[0025] Die Erfindung wird nachfolgend anhand der Beispiele näher erläutert, ohne sie darauf einzuschränken. Dabei beziehen sich die Angabe "Teile" und "%" jeweils auf das Gewicht.

Herstellungsbeispiele

5

Beispiel 1

[0026] Durch Mischen im Becherglas wird folgendes Produkt hergestellt:

10

10,00 Teile *meta*-Nitrobenzolsulfonsäure-Natriumsalz
10,00 Teile einer 60%igen wässrigen Lösung von Hydroxyethandiphosphonsäure
7,50 Teile einer 25%igen wässrigen Lösung von Ammoniak
72,50 Teile entmineralisiertes Wasser
100 Teile

15

Man erhält ein leicht gelbliches, klares Produkt.

Beispiel 2

[0027] Durch Mischen im Becherglas wird folgendes Produkt hergestellt:

20

15,00 Teile *meta*-Nitrobenzolsulfonsäure-Natriumsalz
5,00 Teile einer 60%igen wässrigen Lösung von Hydroxyethandiphosphonsäure
3,50 Teile einer 25%igen wässrigen Lösung von Ammoniak
76.50 Teile entmineralisiertes Wasser
100 Teile

25

Man erhält ein leicht gelbliches, klares Produkt.

Beispiel 3

30

[0028] Durch Mischen im Becherglas wird folgendes Produkt hergestellt:

35

20,00 Teile *meta*-Nitrobenzolsulfonsäure-Natriumsalz
5,00 Teile einer 60%igen wässrigen Lösung von Hydroxyethandiphosphonsäure
4,00 Teile einer 25%igen wässrigen Lösung von Ammoniak
71,00 Teile entmineralisiertes Wasser
100 Teile

40

Man erhält ein leicht gelbliches, klares Produkt.

Beispiel 4

[0029] Durch Mischen im Becherglas wird folgendes Produkt hergestellt:

45

15,00 Teile *meta*-Nitrobenzolsulfonsäure-Natriumsalz
10,00 Teile einer 60%igen wässrigen Lösung von Hydroxyethandiphosphonsäure
7,50 Teile einer 25%igen wässrigen Lösung von Ammoniak
67,50 Teile entmineralisiertes Wasser
100 Teile

50

Man erhält ein leicht gelbliches, klares Produkt.

Anwendungsbeispiele

55

Beispiel 5:

[0030] 100 Teile eines auf perforierten Materialträger aufgewickelten Polyester-Satingewebes, vorgängig entschlichtet, werden in einem Laborbaumfärbeapparat (ahiba-Turbocolor) mit einer kalten Flotte, 0,2 Teilen eines Entlüfters auf

EP 1 528 147 A1

Basis emulgiertem Polydimethylsiloxans in 800 Teilen Permutitwassers, enthaltend 0,00008 Teile EisenII/III (10x übergrenzwertig!) 5 min. lang behandelt.

[0031] Daraufhin wird die Flotte auf 50 °C mit maximalem Gradient aufgeheizt und dort 2,0 Teile der erfindungsgemäßen Zusammensetzung gemäß Beispiel 1, 1,5 Teile eines Egalisiercarriers auf Basis von emulgierten Alkylbenzoat, 1,0 Teile eines flüssigen Dispergiermittels auf Basis von Alkylbenzolsulfonat und Naphthalinmethansulfonat-Polykondensat sowie 1,0 Teile Natriumacetat hinzugegeben. Der pH-Wert wird daraufhin mit Essigsäure (60%) ist auf 4,5 eingestellt, und nach weiteren 10 min. bei 50°C der Farbstoff zugegeben:

[0032] 0,3 Teile einer schwermetallsensiblen Dispersfarbstofftrichromie, bestehend aus

- 33 Teile Foron Gelbbraun SE-RL
- 33 Teile Foron Rot SE-RL
- 33 Teile Dispersol Marineblau C-MS

[0033] Nach weiteren 10 min. bei 50 °C wird mit 2 °C/min. auf 100 °C und mit 1,5 °C/min. auf 130°C aufgeheizt, dort 40 min. verweilt und mit 2 °C/min. auf 80°C abgekühlt. Daraufhin wird abgelassen und wie dem Fachmann bekannt reduktiv nachgereinigt. Man erhält auf diese Weise eine trotz Anwesenheit von deutlich übergrenzwertigen Mengen Eisen im Betriebswasser einwandfrei farbkonforme, egale und echte Färbung.

[0034] Verwendet man anstelle des Produktes gemäß Beispiel 1

- 1,9 Teile des Produktes gemäß Beispiel 2
- 2,1 Teile des Produktes gemäß Beispiel 3
- 2,0 Teile des Produktes gemäß Beispiel 4

erhält man vergleichbar gute Resultate.

Beispiel 6:

[0035] 100 Teile eines Baumwollrohgarms in Kreuzspulapparat Turbostat 1 VZ (Obermaier) wird mit einer Flotte enthaltend 0,1 Teil eines Entlüfters auf Basis emulgierter Polysiloxanverbindung mit Hydroxyethanolanteilen, 2,0 Teile eines Multifunktionsproduktes zur Rohbaumwollfärbung, bestehend aus einer spezifischen Formulierung von Polyacrylaten, Polyacrylamiden, Sulfosuccinaten, Ethoxilaten und Lösevermittlern sowie 3,0 Teilen der erfindungsgemäßen Zusammensetzung gemäß Beispiel 1 mit 950 Teilen Wasser von 40°C mit 2 °dH, versetzt.

[0036] Nach 5 min. werden 30,0 Teile Natriumsulfat kalziniert und 5,0 Teile Soda kalziniert zugegeben. Nach weiteren 5 min. bei 40 °C werden 0,5 Teile einer reduktionssensiblen Farbstofftrichromie, enthaltend

- 50 Teile Drimarenmarine X—RBL
- 16 Teile Drimarenbrillantrot X-2B
- 34 Teile Drimarengelb X-RN

hinzugegeben und nach weiteren 10 min. Verweilen bei 40 °C innerhalb von 55 min. auf 80°C aufgeheizt und dort 50 Minuten lang verweilt. Die Fertigstellung inkl. Abkühlung, Spül- und Seifprozessen ist dem Fachmann bekannt und bedarf hier keiner näheren Erläuterung.

[0037] Man erhält durch diese Anwendung ein Garn das in Hinblick auf Farbtreue, Egalität und Echtheit einwandfrei und dem Ergebnis einer Färbung auf konservativ vorbehandelter, d.h. alkalisch oder sauer abgekochter Ware entsprechend ist.

[0038] Verwendet man anstelle des Produktes gemäß Beispiel 1

- 2,9 Teile des Produktes gemäß Beispiel 2
- 3,2 Teile des Produktes gemäß Beispiel 3
- 2,9 Teile des Produktes gemäß Beispiel 4

erhält man vergleichbar gute Resultate.

Beispiel 7:

[0039] 100 Teile einer PAN-Kulierwirkeware wird auf Overflow des Längsspeichertyps (Thies-Soft-TRD), die 1,5 Teile eines Gleitmittels auf Basis einer Mischung aus Acrylamidhomopolymer und ethoxiliertem Caproclactam und 1,0 Teile eines Emulgators auf Basis ethoxiliertem Fettalkohols, 1,0 Teile der erfindungsgemäßen Zusammensetzung gemäß

EP 1 528 147 A1

Beispiel 1, 2,0 Teile eines Retarders auf Basis fettalkylquartärer Ammoniumverbindung, 5 Teile Natriumsulfat, kalziniert, 0,5 Teile Natriumacetat und 1,0 Teile Essigsäure 60% in 1400 Teilen Wasser, 5 °dH enthält, bei 25°C versetzt. Der Gehalt des Betriebswassers an Cu beträgt 0,05 ppm (10x übergrenzwertig), an Eisen 0,3 ppm (3fach übergrenzwertig), an Mn 0,1 ppm (1x übergrenzwertig) Nach der Aufheizung auf 50 °C werden 0,4 Teile einer schwermetallsensiblen kationischen Farbstofftrichromie, enthaltend

47 Teile Maxilon Gelb 2 RL 200%
58 Teile Maxilon Rot GRL-01 150 %
5 Teile Maxilon Blau GRL 300% ,

hinzugefügt und mit 2 °C/min. auf 85 °C aufgeheizt. Dort wird 10 min. verweilt und danach mit 0,5 °C/min. auf 95°C aufgeheizt. Dort wird 45 min. verweilt und dann mit 1 °C/min. auf 55 °C abgekühlt, abgelassen und kurz kalt nachgespült. Nach Abkühlen auf 80 °C mit 2°C/min. wird 10 min. reduktiv im Färbebad unter Anwendung eines spezifischen Sulfinsäurederivates gereinigt.

[0040] Man erhält nach diesem Schnellfärbeverfahren eine einwandfrei egale und echte Färbung.

[0041] Verwendet man anstelle des Produktes gemäß Beispiel 1

1,0 Teile des Produktes gemäß Beispiel 2
1,1 Teile des Produktes gemäß Beispiel 3
1,0 Teile des Produktes gemäß Beispiel 4

erhält man vergleichbar gute Resultate.

Beispiel 8:

[0042] Ein vorgängig entschlichtetes CV-Gewebe (CV = Viskose) wird in einer Pad-Roll-Kammer einer Substantivfärbung mit reduktionsempfindlichen Substantivfarbstoffen (Trichromie) im halbkontinuierlichen Verfahren unterzogen.

[0043] Nach dem Klotzen (Flottenaufnahme 80%) mit einer Lösung bestehend aus

3 Teilen eines Rapidnetzmittels auf Basis Sulfosuccinat
10 Teilen eines Flottenaufnahmesteigerers auf Basis Polyacrylamidlösung
80 Teilen Harnstoff
5 Teilen der erfindungsgemäßen Zusammensetzung gemäß Beispiel 1
20 Teilen einer reduktionsempfindlichen Substantivfarbstofftrichromie, bestehend aus den Farbstoffen

17 Teilen Sirius Gelb K-CF
24Teilen Sirius Rot F3B
59 Teilen Sirius Blau FBGLN

und 882 Teilen Permutitwasser bei 40 °C wird nach Passage einer IR-Aufheizzone in der Pad-Roll-Kammer in gesättigter Dampfatosphäre bei 80°C vier Stunden rollierend verweilt.

[0044] Nach Verlassen der Kammer wird auf Jigger in der dem Fachmann bekannten Art und Weise warm und kalt gespült und anschließend echtheitsverbessert.

[0045] Man erhält ein Resultat, das hinsichtlich Farbproduktion, Egalität und Echtheit einwandfrei ist.

[0046] Verwendet man anstelle des Produktes gemäß Beispiel 1

4,8 Teile des Produktes gemäß Beispiel 2
5,3 Teile des Produktes gemäß Beispiel 3
4,9 Teile des Produktes gemäß Beispiel 4

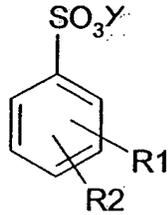
erhält man vergleichbar gute Resultate.

Patentansprüche

1. Zusammensetzung, die als Färbereihilfsmittel geeignet ist, umfassend

a) 5 Gew.-% bis 20 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, einer aromatischen Nitroverbindung der Formel (1)

5



(1),

10

in der

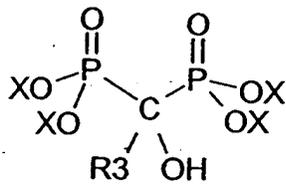
15

Y für H, Alkali- und Ammoniumion;
 R1 für NO₂, das sich in o-, m- oder p-Stellung zur SO₃Y-Gruppe befindetet, und
 R2 für H, C1-C4-Alkyl und C1- und C4-Alkoxy stehen, und

20

b) 1,8 Gew.-% bis 10 Gew.-%, bezogen auf die Zusammensetzung, Phosphonat der Formel (2)

25



(2),

30

in der

X unabhängig voneinander für H, Alkali- und Ammoniumion und
 R3 für C₁-C₄-Alkyl stehen.

35

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei die organische Nitroverbindung ein Nitrobenzolsulfonsäure-Alkalisalz oder eine Mischung mehrerer, voneinander verschiedener Nitrobenzolsulfonsäure-Alkalisalze ist.
3. Zusammensetzung nach Anspruch 2, wobei das Nitrobenzolsulfonsäure-Alkalisalz Natrium-m-Nitrobenzolsulfonat ist.
4. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei die Mischung mehrere, voneinander verschiedener Nitrobenzolsulfonsäure-Alkalisalze eine Mischung von etwa 90% Natrium-m-Nitrobenzolsulfonat, etwa 5% Natrium-o-Nitrobenzolsulfonat und etwa 5% Natrium-p-Nitrobenzolsulfonat ist.
5. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei beim Phosphonat R3 für CH₃ steht.
6. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei dessen pH-Wert 6,0 bis 7,5 beträgt.
7. Verfahren zur Herstellung einer Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die aromatische Nitroverbindung und das Phosphonat in Wasser gelöst werden.
8. Verwendung einer Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 6 als Färbereihilfsmittel.
9. Verwendung nach Anspruch 8, wobei Verkochungs- und Ausfällungserscheinungen von Farbstoffen während des Färbens verringert werden.

55



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 03 02 5096

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
A	DE 27 30 313 A (HOECHST AG) 11. Januar 1979 (1979-01-11) * Seite 3, Absatz 1 * * Seite 4, Absatz 3 * ---	1-9	D06P1/667 D06P1/62
A	EL-NAHAS H M: "ACCELERATOR FOR FIBER DYEING WITH VARIOUS DYES" AMERICAN DYESTUFF REPORTER, SAF INTERNATIONAL PUBLICATIONS, SECAUSUS, US, Bd. 86, Nr. 9, 1. September 1997 (1997-09-01), Seiten 51-56, XP000722350 ISSN: 0002-8266 * Seite 51 - Seite 56 * -----	1-9	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
			D06P
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort MÜNCHEN		Abschlußdatum der Recherche 15. April 2004	Prüfer Koegler-Hoffmann, S
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument ----- & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

3

EPO FORM 1503 03 82 (F04C03)

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

EP 03 02 5096

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.

15-04-2004

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 2730313 A	11-01-1979	DE 2730313 A1	11-01-1979
		GB 2003937 A ,B	21-03-1979
		IT 1101601 B	07-10-1985

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82