

⑫

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

⑰ Anmeldenummer: 83111120.8

⑤① Int. Cl.<sup>3</sup>: **D 06 P 3/54, D 06 P 3/52**

⑱ Anmeldetag: 08.11.83

③① Priorität: 13.11.82 DE 3242033

⑤① Anmelder: **HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT,**  
**Postfach 80 03 20, D-6230 Frankfurt am Main 80 (DE)**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung: 23.05.84  
Patentblatt 84/21

⑧④ Benannte Vertragsstaaten: **AT BE CH DE FR GB IT LI**

⑦② Erfinder: **Müller, Siegfried, Dr., Gundelhardtstrasse 27,**  
**D-6233 Kelkheim (Taunus) (DE)**

⑤④ **Verfahren zum Färben von Textilgut aus schwer entflammaren, linearen Polyesterfasern.**

⑤⑦ Schlechte Naßechtheitseigenschaften und unbefriedigende Thermofixierbarkeit bei Färbungen auf flammhemmenden PES-Fasern mit herkömmlichen Dispersionsfarbstoffen schließen den Einsatz von derartigem Textilgut auf dem Objektsektor, wie gebrauchsbundene textile Artikel, Sportkleidung u.ä. aus. Die verminderte Kochwaschbeständigkeit solcher Dispersionsfarbstoffe auf den modifizierten Fasern kann wegen der Gefahr des Abblutens bei der Wäsche zu Problemen führen.

Durch die Verwendung von im Molekül stark polarisierte Gruppierungen enthaltenden Dispersionsfarbstoffen für das Färben von flammhemmenden PES-Fasern werden die färberischen Ergebnisse in bezug auf die gesuchten Echtheiten beträchtlich verbessert und damit weitere Verwendungsgebiete für die erwähnten Fasertypen erschlossen. Das flammwidrige Verhalten des Textilguts wird nicht beeinträchtigt.

**EP 0 109 030 A1**

Verfahren zum Färben von Textilgut aus schwer entflamm-  
baren, linearen Polyesterfasern

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Färben von Fasermaterial, das aus schwer entflammbaren, linearen Phthalsäureestern mit einkondensierten phosphorhaltigen Kettengliedern besteht oder solche enthält, mit wasser-  
5 unlöslichen Dispersionsfarbstoffen.

In der DE-PS 23 46 787 wird die Herstellung von schwer entflammbarem Textilgut aus linearen Phthalsäureesterfasern mit einkondensierten, phosphorhaltigen Kettengliedern be-  
10 schrieben. Der gleichen Literaturstelle läßt sich auch bereits ein Hinweis auf das Färben dieser Fasern mit Dispersionsfarbstoffen und mit Säurefarbstoffen entnehmen. Flammhemmende Fasern der erwähnten Gattung sind zwar nicht als carrierfrei färbbar zu bezeichnen, sie können aber bis  
15 zu mittleren Farbtiefen ohne Carrierzusatz mit guter Farbausbeute bei Kochtemperatur gefärbt werden. Mit handelsüblichen Dispersionsfarbstoffen werden - wie aus der Zeitschrift Chemiefasern / Textilindustrie 30/82 (1980), Seiten 38-45 ersichtlich ist - wohl auch sehr tiefe Töne  
20 erzielt, jedoch haben sich die Naßechtheitseigenschaften, besonders die Kochwaschbeständigkeit solcher Färbungen als so schlecht erwiesen, daß Textilgut aus derart gefärbten Fasern für den Einsatz als Gebrauchsartikel und für Berufskleidung nicht in Betracht kommt. Laut den  
25 Werbeschriften der HOECHST AG kann diese modifizierte Fasertypen auch für die Erzeugung von Bettwäsche verwendet werden; farbige Bettwäsche mit Hilfe von Dispersionsfarbstoffen herkömmlicher Art herzustellen, ist indessen bis jetzt nicht möglich gewesen. Für diese Einsatzgebiete  
30 sind gute Waschechtheitseigenschaften unbedingt erforderlich.

Sinn und Zweck der vorliegenden Erfindung ist es nunmehr, die zuvor geschilderten, beim Färben von flammwidrigen Polyesterfasern zutage tretenden Mängel zu beheben und

einwandfrei echte Färbungen auf ausschließlich solche Fasern aufweisendem Textilgut oder der entsprechenden Komponente von Fasermischungen zu erzielen, und zwar nach in der Praxis gebräuchlichen Färbeprozessen. Auf diese  
5 Weise sollte der anwendungstechnische Sektor dieser Fasertypen beträchtlich erweitert werden.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man als Farbmittel Dispersionsfarbstoffe enthaltend im Molekül mindestens eine an einen  
10 aromatischen Kern des Chromophors gebundene stark polarisierte Gruppierung einsetzt und man die Fixierung dieser Farbstoffe auf der Faser aus wäßriger Dispersion bei pH-Werten im Bereich von 5 bis 10 durch Hitzeeinwirkung herbeiführt.

15 Die Vorteile, welche man aufgrund dieser Maßnahmen erlangt, sind gute Kochwasch- und Sublimierechtheiten solcher Färbungen sogar in tiefen Tönen. Auch gute bis sehr gute Lichtechtheitseigenschaften ergeben sich bei derartigen Färbungen. Die früher nicht ausreichenden Waschechtheitseigenschaften bei der 60°C-Wäsche können jetzt als sehr  
20 gut bezeichnet werden. Das Fasermaterial kann fortan im Objektsektor, d.h. für jede Art von gebrauchsgelundenen Textilien eingesetzt werden. Auch eine Verwendung im Wäsche-Bereich (z.B. Bettwäsche für Krankenanstalten und  
25 Pflegeheime) ist nicht mehr unmöglich. Diese Fasern lassen sich nun auch zusammen in Mischung mit Cellulosefasern benutzen, was bisher nicht realisierbar gewesen ist, denn auch in Mischung mit schwer entflammaren Cellulosefasern sind die erforderlichen Echtheitseigenschaften der Färbungen  
30 nicht erreicht worden. Schließlich wird das Einsatzgebiet für bestimmte modifizierte Polyesterfasern erweitert und die Brandsicherheit dabei erhöht.

35 Ein derartiges Ergebnis war insofern überraschend, als die Verwendung von Dispersionsfarbstoffen mit stark polarisierten Gruppierungen für Färbungen auf normalen PES-Fasern keinerlei Vorteile

bezüglich der färberischen Eigenschaften im Vergleich zu denen mit Dispersionsfarbstoffen herkömmlicher Art hervorbringt. Demgegenüber haben sich Dispersionsfarbstoffe enthaltend stark polarisierte Gruppierungen beim Färben der modifizierten Fasern, die in bestimmten Strukturbereichen eine Lockerung der Molekülsegmente aufweisen, als vorteilhaft erwiesen.

Als Farbstoffe für das erfindungsgemäße Färbeverfahren können alle wasserunlöslichen Dispersionsfarbstoffe Anwendung finden, die sich in feindispersiertem Zustand sonst auch für das Färben von synthetischem Fasermaterial eignen, soweit sie im vorliegenden Fall eine stark polarisierte Gruppierung besitzen. Die meisten Vertreter dieser Farbstoffklasse gehören ihrer Konstitution nach zu den Azo-, Anthrachinon-, Nitro- oder Chinophthalon-Verbindungen, sind vorwiegend carboxyl- und/oder sulfogruppenfrei und tragen alle im Molekül mindestens eine an einen aromatischen Kern des Chromophors gebundene stark polarisierte Gruppierung. Bei der erwähnten stark polarisierten Gruppierung in den eingesetzten Dispersionsfarbstoffen handelt es sich hauptsächlich um einen Rest auf Basis einer ein  $-SO_2-$  oder  $-CO-$  Brückenglied aufweisenden Seitenkette. In erster Linie ist hierunter der Vinylsulfon-Rest zu verstehen. Zufriedenstellende Ergebnisse werden fernerhin auch mit Dispersionsfarbstoffen erzielt, welche durch den Acrylsäure-Rest oder einen Dialkyl ( $C_1-C_4$ ) aminosulfon-Rest substituiert sind. In den erfindungsgemäß brauchbaren Dispersionsfarbstoffen können mehrere stark polarisierte Gruppierungen des genannten Typs, gegebenenfalls von unterschiedlicher Natur, am gleichen Farbstoffmolekül vorhanden sein.

Die Farbstoffe werden, wie es bei Dispersionsfarbstoffen üblich ist, dispergiert und dann in gewohnter Weise dem Färbebad zuzugeben. Im allgemeinen färbt man bei pH-Werten von 5 bis 10. Erfahrungsgemäß werden bei pH 7 bis 9 die besten  
5 Farbausbeuten erhalten.

Für das vorliegende Färbeverfahren eignen sich als Fasermaterial in dem zum Einsatz gelangenden Textilgut schwer entflammbare, lineare Phthalsäureester mit einkondensierten,  
10 phosphorhaltigen Kettengliedern auf Basis von Carboxyphosphinsäuren gemäß DE-PS 23 46 787. Als Mischungskomponenten natürlicher Herkunft für die erwähnten modifizierten Polyesterfasern finden vor allem Cellulosefasern, aber auch Wollfasern Verwendung.

15

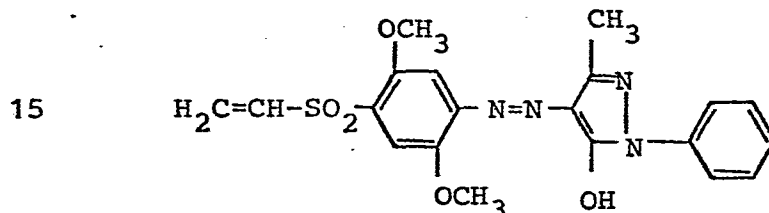
Bei diesem Fasermaterial ist es gleichgültig, ob zur Durchführung der Färbeoperation nach einem Klotz-Prozeß oder nach der Ausziehmethode vorgegangen wird. Bei den Arbeitsweisen unter Kochtemperatur-Bedingungen wird, wie  
20 allgemein üblich, der Flotte noch Carrier zugesetzt; bei HT-Färbungen sollte aufgrund einer möglichen Festigkeits- einbuße des Fasermaterials bei Temperaturen nicht höher als 120°C verfahren werden. Bei Thermosolverfahren oder Klotzverfahren mit anschließendem Thermosolieren sollen  
25 Temperaturen über 190°C vermieden werden, wobei es unwesentlich ist, ob die Farbstoff-Fixierung durch Trocken-

hitze mittels Heißluft bzw. überhitztem Dampf, Kontakt-hitze oder IR-Strahlung erfolgt.

- 5 Die nachstehenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung. Die darin angeführten Prozentangaben sind Gewichtsprocente und sind im Falle der Angaben für die Flottenaufnahme auf das Gewicht der trockenen Ware bezogen.

Beispiel 1

- Ein Gewebe aus schwer entflammaren, linearen Phthalsäure-  
 esterfasern mit einkondensierten, phosphorhaltigen  
 5 Kettengliedern wird auf einen perforierten Färbebaum  
 kantengerade gewickelt (Wickeldicke etwa 30 % des  
 Baumdurchmessers) und in einem HT-Baumfärbeapparat mit  
 einseitiger Flottenzirkulation von innen nach außen bei  
 120°C während 45 min mit einer wässrigen Flotte behandelt,  
 10 welche eine Feindispersion aus 1,2 % des Dis-  
 persionsfarbstoffes der Formel



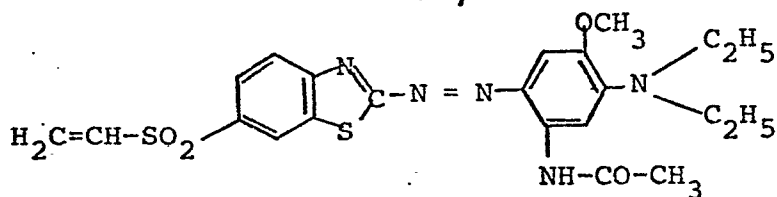
- sowie 1 g/l eines mit Formaldehyd kondensierten Naphthalin-  
 20 sulfonats als Dispergiermittel enthält und die auf einen  
 pH-Wert im Bereich zwischen 7 und 8 eingestellt ist.

- Nach Beendigung des Färbeprozesses wird die so gefärbte  
 Ware zunächst mit Wasser gespült und dann zur Fertig-  
 25 stellung 20 min in einem neutralen, wässrigen Bad kochend  
 geseift. Man erhält auf dem Fasermaterial eine goldgelbe  
 Färbung mit hervorragender Licht-, Kochwasch- und Thermo-  
 fixierbarkeit.

30 Beispiel 2

- Ein Gewebe in Leinenbindung (160 g/m<sup>2</sup>) aus schwer entflamm-  
 baren, linearen Phthalsäureesterfasern mit einkondensierten,  
 phosphorhaltigen Kettengliedern wird auf einem Foulard  
 mit einer wässrigen Farbflotte, die 30 g/l des  
 35 Dispersionsfarbstoffes der Formel

- 7 -



5

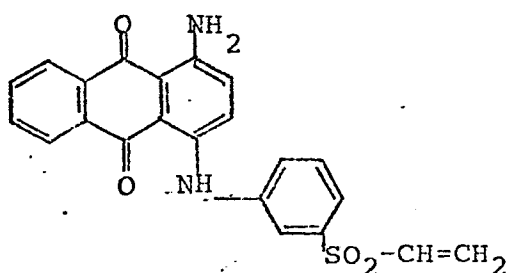
in fein dispergierter Form enthält sowie auf einen pH-Wert von etwa 8 eingestellt ist, bei Raumtemperatur sowie einer Flottenaufnahme von ca. 60 % geklotzt und dann bei 130°C getrocknet. Daraufhin wird das geklotzte Gewebe zur Fixierung des Farbstoffes auf der Faser für 60 s lang einer Trockenhitzebehandlung bei 190°C unterzogen und anschließend in einem neutralen, wäßrigen Bad kochend geseift.

- 15 Die auf dem behandelten Textilgut resultierende Taubengrau-Färbung zeichnet sich durch eine ausgezeichnete Kochwaschechtheit aus.

Bei der Durchführung der vorliegenden Klotzfärbung ist es unerheblich, ob die Nachwäsche kontinuierlich oder diskontinuierlich erfolgt. Auch kann ohne weiteres, falls es die Gewebebeschaffenheit verlangt, ein handelsübliches Netzmittel zur Klotzflotte gegeben werden.

### 25 Beispiel 3

Ein Samtgewebe aus schwer entflammaren, linearen Phthalsäureesterfasern mit einkondensierten, phosphorhaltigen Kettengliedern wird in einer geschlossenen Haspelkufe bei 30 Kochtemperatur 60 min lang mit einer wässrigen Flotte behandelt, welche 1 % des Dispersionsfarbstoffes der Formel



35

in herkömmlicher Weise dispergiertem Zustand sowie 4 % einer Carrieremulsion auf Basis von 60 % Methylnaphthalin enthält und die auf praktisch neutrales Milieu eingestellt ist.

5

Das in dieser Weise durch Ausziehen gefärbte Gewebe wird nach Abschluß der Färboperation mit Wasser heiß gespült und dann 20 min lang im wässrigen Medium einer neutralen Kochwäsche unterzogen. Der benutzte Carrier wird durch

10

eine folgende Heißluftbehandlung der Färbung bei 150°C während 3 min wieder aus der Ware entfernt. Man erhält auf dem Textilgut eine Blaufärbung mit sehr guter Wasch- und Thermofixierechtheit.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zum Färben von Fasermaterial, das aus schwer entflammaren, linearen Phthalsäureestern mit ein- kondensierten, phosphorhaltigen Kettengliedern besteht oder solche enthält, mit wasserunlöslichen Dispersions-  
5 farbstoffen, dadurch gekennzeichnet, daß man als Farb- mittel Dispersionsfarbstoffe enthaltend im Molekül mindestens eine an einen aromatischen Kern des Chromo- phors gebundene stark polarisierte Gruppierung ein- setzt und man die Fixierung dieser Farbstoffe auf  
10 der Faser aus wäßriger Dispersion bei pH-Werten im Bereich von 5 bis 10 durch Hitzeeinwirkung herbeiführt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in den eingesetzten Dispersionsfarbstoffen mehrere  
15 stark polarisierte Gruppierungen, gegebenenfalls von unterschiedlicher Natur, am gleichen Molekül vorhanden sind.
3. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekenn-  
20 zeichnet, daß die stark polarisierte Gruppierung in den eingesetzten Dispersionsfarbstoffen einen Rest auf Basis einer ein  $-SO_2-$  oder  $-CO-$ Brückenglied aufweisenden Seitenkette darstellt.
- 25 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die stark polarisierte Gruppierung den Vinylsulfon- Rest darstellt.
5. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß  
30 die stark polarisierte Gruppierung einen Dialkylamino- sulfon-Rest darstellt.
6. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die stark polarisierte Gruppierung den Acrylsäure-

Rest darstellt.

7. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man die Färbeoperation bei pH-Werten  
5 zwischen 7 und 9 vornimmt.

0109030



Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 83 11 1120

| EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                                                                        |                                           |                                                       |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| Kategorie                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile                                                                                                                                                                    | Betrifft Anspruch                         | KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. <sup>3</sup> ) |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | DE-A-2 362 683 (CASSELLA)<br>* Beispiele 3-6, 8, 11, 12 *                                                                                                                                                                                              | 1-4                                       | D 06 P 3/54<br>D 06 P 3/52                            |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | ---<br>GB-A- 896 041 (HOECHST)<br>* Beispiel 1 *                                                                                                                                                                                                       | 1-4                                       |                                                       |
| D, A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | ---<br>CHEMIEFASERN/TEXTILINDUSTRIE,<br>Band 30, Nr. 1, Januar 1980,<br>Seiten 38-45, Frankfurt, DE<br>S. MÜLLER et al.: "Flammhemmende<br>Trevira-Typen, Eigenschaften und<br>Einsatzgebiete" * Seite 38,<br>Spalte 2 - Seite 42, Spalte 1 *<br>----- | 1, 7                                      |                                                       |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |                                                                                                                                                                                                                                                        |                                           | RECHERCHIERTE<br>SACHGEBIETE (Int. Cl. <sup>3</sup> ) |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |                                                                                                                                                                                                                                                        |                                           | D 06 P<br>C 09 B                                      |
| Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |                                                                                                                                                                                                                                                        |                                           |                                                       |
| Recherchenort<br>DEN HAAG                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |                                                                                                                                                                                                                                                        | Abschlußdatum der Recherche<br>09-02-1984 | Prüfer<br>DEKEIREL M. J.                              |
| <p>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN</p> <p>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet<br/>Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie<br/>A : technologischer Hintergrund<br/>O : mündliche Offenbarung<br/>P : Zwischenliteratur<br/>T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze</p> <p>E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist<br/>D : in der Anmeldung angeführtes Dokument<br/>L : aus andern Gründen angeführtes Dokument</p> <p>&amp; : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</p> |                                                                                                                                                                                                                                                        |                                           |                                                       |